

Die Kristallstruktur des Ammoniumdekamolybdats,
 $(\text{NH}_4)_8\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}$, und des Tetrabutylammonium-
metavanadats, $[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4]_3\text{HV}_4\text{O}_{12}$

Inaugural - Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde
des Fachbereichs Chemie
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Soroush Mahjour
aus Iran

Berlin 1976



Digitized by the Internet Archive
in 2026

Die Kristallstruktur des Ammoniumdekamolybdates,
 $(\text{NH}_4)_8\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}$, und des Tetrabutylammonium-
metavanadats, $[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4]_3\text{HV}_4\text{O}_{12}$

Inaugural - Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde
des Fachbereichs Chemie
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Soroush Mahjour
aus Iran

Berlin 1976



1. Gutachter: Professor Dr. J. Fuchs
2. Gutachter: Professor Dr. H. Hartl

Pr. Datum 9. JULI 1978

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Anorganische Chemie der Freien Universität Berlin unter Leitung von Herrn Professor Dr.J.Fuchs durchgeführt.

Meinem sehr verehrten Lehrer, Herrn Professor Dr.J.Fuchs danke ich sehr herzlich für die Stellung des Themas, für die zahlreichen Anregungen und Diskussionen sowie für sein stetes Interesse an meiner Arbeit.

Herzlichen Dank möchte ich Herrn Professor Dr.H.Hartl für die zahlreichen anregenden Diskussionen und für seine stetige große Hilfsbereitschaft aussprechen.

Außerdem danke ich Herrn Professor Dr.G.Ruban und allen Mitarbeitern und Angestellten des Institut für die bei der Durchführung der vorliegenden Arbeit geleistete Hilfe und Zusammenarbeit.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung und Problemstellung	1
2.	Darstellung von Einkristallen von ... Tetraalkylammoniummetavanadaten	10
3.	Röntgenographische Voruntersuchungen	13
4.	Die Strukturermittlung des Tetra- butylammoniummetavanadats $\left[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4 \right]_3 \text{HV}_4\text{O}_{12}$	16
4.1.	Messungen	16
4.2.	Ermittlung der Vanadinpositionen	18
4.3.	Ermittlung der Leichtatompositionen	19
4.4.	Beschreibung der Struktur	21
5.	Die Kristallstruktur des Ammonium- (2:5)molybdates $2(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 0.5\text{MoO}_3$	27
5.1.	Bestimmung der Zellparameter	27
5.2.	Messung der Reflexintensitäten	28
5.3.	Ermittlung der Molybdänpositionen	29
5.4.	Ermittlung der Leichtatompositionen	30
5.5.	Beschreibung der Struktur	31
6.	Diskussion	38
7.	Zusammenfassung	53
8.	Fo, Fc Listen	56
9.	Literaturverzeichnis	87
10.	Anhang	92

1. Einleitung und Problemstellung

Polyanionen entstehen beim Ansäuern von Metallatlösungen als Zwischenprodukte bei der Ausfällung hochmolekularer Hydroxide oder Oxidhydrate. Die Kenntnis ihrer Struktur ist daher von Wichtigkeit, wenn man den schrittweisen Ablauf dieser Aggregationsreaktionen erfassen will. Es ist bekannt, daß die Reaktionsmechanismen noch komplizierter sind als z.B. bei der Bildung von Polysilikaten oder Polyphosphaten, wo die Einzelschritte nur in Kondensationsreaktionen bestehen.

In Metallatsystemen erhöht sich beim Übergang vom alkalischen zum saureren Medium in der Regel die Koordinationszahl des Metallatoms, so daß gesichert ist, daß neben Kondensations- auch Additionsreaktionen ablaufen müssen. Eine Chance, Einblick in die Reaktionsabläufe zu erhalten, besteht nur, wenn es gelingt, die Strukturen möglichst vieler Zwischenprodukte zu ermitteln. Dies scheiterte bisher an folgenden Umständen:

- 1) Der Übergang vom monomeren Metallation zum Oxidhydrat erfolgt in den meisten Metallatsystemen in einem ganz engen pH-Bereich und innerhalb von Sekundenbruchteilen, so daß es unmöglich ist, kristalline polysaure Salze abzufangen. Eine Ausnahme bilden fast nur die Metalle der V. und VI. Nebengruppe des Periodensystems, die daher allein als Modellsubstanzen für die Aufklärung der Reaktionsmechanismen infrage kommen.

- 2) Auch in den genannten Metallatsystemen konnten bisher nur wenige Polyanionen in Form kristalliner Verbindungen aus wäßriger Lösung abgefangen werden. Schuld daran ist einmal die geringe Lebensdauer der meisten Zwischenstufen, zum andern die Tatsache, daß einige wenige thermodynamisch besonders stabile Polyanionen in den Lösungsgleichgewichten über breite pH-Bereiche so dominieren, daß beim Einengen der Lösungen praktisch nur Salze mit diesen Polyanionen erhalten werden. Salze anderer Polyanionspezies werden bestenfalls als geringfügige Verunreinigungen mitgefällt, die bisher kaum erfaßt werden konnten, weil sie sich analytisch nur unwesentlich vom Hauptprodukt unterscheiden.
- 3) Der Kristallisationsvorgang ist in manchen Fällen selbst mit einer Strukturveränderung verbunden, so daß die Struktur der Salze keine Rückschlüsse auf den Lösungszustand zuläßt.

Hauptanliegen der Polyanionenforschung war es daher in den letzten Jahren, neue präparative Möglichkeiten zu suchen, die diese Schwierigkeiten meistern.

Dabei haben sich drei Verfahren bewährt:

- 1) Die Verlagerung der Polyanionchemie vom wäßrigen in nichtwäßrige Lösungsmittelsysteme. Durch das weitgehende Ausschalten von Wasser wird die Geschwindigkeit von Kondensations-, Hydrolyse und Hydratationsreaktionen stark verändert. Dadurch können in wäßriger Lösung kurzlebige Anionenspezies stabilisiert werden.

Darüberhinaus stehen die Löslichkeiten polysaurerer Salze im organischen Solvens in einem völlig anderen Verhältnis als in wäßriger Lösung. Als wichtigste Methoden zur Darstellung polysaurer Salze aus organischen Solventien sind die vorsichtige Hydrolyse von Metallsäureestern in Gegenwart von Basen sowie die Auflösung von Metalloxiden in organischen Basen¹⁾ zu nennen.

2) Die Verwendung spezieller organischer Basen zur Fällung polysaurer Salze aus wäßriger Lösung. Wohl aus vorwiegend sterischen Gründen besitzen Salze mit speziellen organischen Kationen extrem niedrige Löslichkeiten in Wasser, so daß aus einem Polyanionengemisch Salze auch dann ausgefällt werden, wenn das zugehörige Anion im Lösungsgleichgewicht in minimaler Konzentration vorliegt. Dazu kommt der Vorteil, daß diese Salze anschließend meist leicht aus bestimmten organischen Solventien umkristallisiert werden können.¹⁾ Bei wasserfreiem Arbeiten bleibt die Struktur unverändert.

3) Die Laser-Ramanspektroskopie bietet die Möglichkeit, Polyanionenspezies an einzelnen Kristallen zu identifizieren. In einem aus wäßriger Lösung gefällten Kristallgemisch können so durch kombinierte mikroskopische und ramanspektroskopische Untersuchung neue Spezies erkannt werden. Die Kenntnis ihres Ramanspektrums erlaubt es dann, den Anteil dieser Spezies

in der Gesamtfällung zu ermitteln und durch Änderung der Reaktionsbedingungen (Säuregrad, Säure-Base-Verhältnis, Temperatur) so anzureichern, daß eine Analyse ermöglicht wird.²⁾

Auf diesen Wegen wurde in den letzten Jahren eine größere Zahl von polysauren Salzen bisher unbekannter Anionenspezies in kristalliner Form erhalten. Einige Strukturen wurden bereits aufgeklärt, bei anderen ist diese Aufgabe noch zu lösen.

In der vorliegenden Arbeit sollen die Kristallstrukturen zweier polysaurer Salze ermittelt werden. Das Ammoniumpolymolydat $2(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 5\text{MoO}_3$ wurde von W. D. Hunnius erstmalig in kristalliner Form aus wäßriger Lösung erhalten.³⁾

Es war zuvor nur als thermisches Zersetzungsprodukt des Ammoniumheptamolybdats $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ bekannt.⁴⁾ Die Kristalle für die Strukturuntersuchung wurden zur Verfügung gestellt.

Bei der zweiten Verbindung handelt es sich um ein Tetrabutylammoniummetavanadat. Von R. Palm⁵⁾ war festgestellt worden, daß bei der Umsetzung von V_2O_5 mit Lösungen von Tetrabutylammoniumhydroxiden unter bestimmten Bedingungen farblose Polyvanadate mit dem Base-Säure-Verhältnis 3:4 erhalten werden, die ein niedermolekulares Anion enthalten; die Salze sind löslich in organischen Solventien. In einer vorhergehenden Arbeit⁶⁾ wurde durch dampfdruckosmotrische Bestimmungen in Chloroform ermittelt, daß das Tetrabutylammoniumsalz die Molmasse

eines Tetravanadats besitzt und somit als $\left[K(C_4H_9)_4 \right]_3 HV_4O_{12}$ zu formulieren ist. Der Vergleich des Ramanspektrums mit dem Spektrum einer NatriumvanadatLösung ergab eindeutig, daß die Verbindung das in wäßriger Lösung vorliegende Metavanadation enthält. Zur Ermittlung der Größe des Metavanadations wurden bereits zahlreiche Untersuchungen durchgeführt. Die verwendeten Methoden und ihre Ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1

Autor	Methode	Aggregationsgrad	Literatur (mit zusätzlicher Angabe von Autoren, die die gleiche Methode benutzt haben)
P.Düllberg (1903)	Kryoskopie	3	7
W.Prandtl, Hess (1913)	Kryoskopie eines Esters	3	8, 11
G.Jander, K.F.Jahr (1933)	Diffusion, Dialyse	4	9, 10, 32
G.Canneri, D.Cozzi (1943)	Präparative Methoden	3	13, 25, 8, 6
G.Carpeni, P.Souchay (1945)	Potentimetrie	3, (4)	14, 28, 24, 20, 16
R.U. Russell J.E.Salmon (1958)	Ionenaustausch	4	21

Fortsetzung Tabelle 1

Autor	Methode	Aggregat- ionsgrad	Literatur (mit zusätz- licher Anga- be von Auto- ren, die die gleiche Me- thode benut- zt haben)
G.Schwarzenbach, G.Parissakis (1958)	Salzkryos- kopie	3	23, 37, 27, 26
K.Schiller, E.Thilo (1961)	UV-Spektro- skopie	3	22, 31, 40, 29, 9, 27, 12, 18
J.V.Hatton, Y.Saito (1965)	NMR-Spektro- skopie	4	33, 34
H.P.Stock, K.F.Jahr (1965)	Ultrazen- trifuge	4	35
D.B.Copley, A.K.Banerjee (1965)	Licht- streuung	4 (3)	36, 41
W.F.Griffith, T.D.Wickins (1966)	IR- und RA- MAN-Spektro- skopie	3 od. 4	38
M.Engel (1975)	Sedimentat- ions-Diffus- ionsgleich- gewichte	4	42

Obwohl aus wäßrigen neutralen Vanadat ($\bar{V}$)-Lösungen leicht Salze kristallisiert erhalten werden, deren Strukturen zum größten Teil bekannt sind, waren bisher keine Aussagen über den Zustand des Metavanadations in Lösung möglich, weil der Kristallisationsvorgang aus wäßriger Lö-

sung stets mit einer Polymerisation verbunden ist. So bestehen die Anionen von KVO_3 , NH_4VO_3 ⁴³⁾, TlVO_3 ⁴⁴⁾ und $\alpha\text{-NaVO}_3$ ⁴³⁾ aus zu unendlichen Ketten verknüpften VO_4 -Tetraedern (Diopsid-Typ).

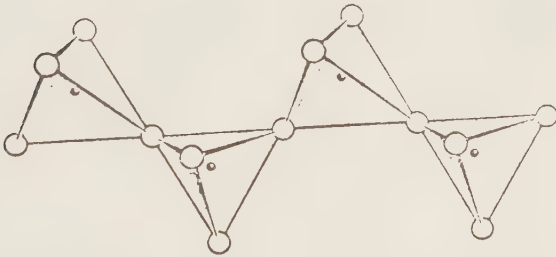


Abb. 1

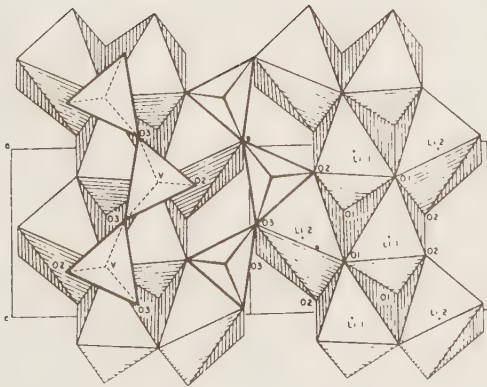


Abb. 2

LiVO_3 bildet eine Raumnetzstruktur vom Spodumentyp⁴⁵⁾.

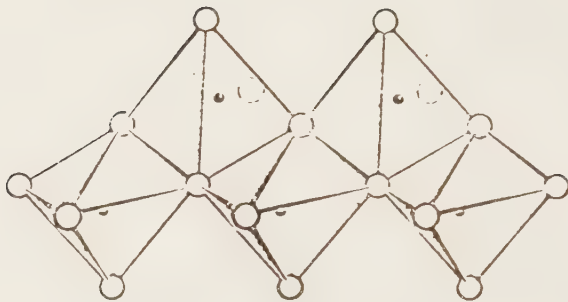


Abb. 3

$\text{KVO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}^{43)}$, $\text{Ca}(\text{VO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}^{46)}$, $\text{Sr}(\text{VO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}^{47)}$, und
wahrscheinlich auch $\beta\text{-NaVO}_3^{48)}$ enthalten Ketten aus
 VO_5 -Einheiten.

Zur Struktur des in Lösung vorliegenden Metavanadations existieren nur wenig Aussagen aufgrund indirekter Methoden.

D.W. Howarth und R. E. Richards³⁴⁾ schließen aufgrund von Kernresonanzmessungen auf ein trimeres Anion mit Kettenstruktur. Simon und Jahr³²⁾ berechnen Diffusionskoeffizienten für ketten- und ringförmige Tri- und Tetra- vanadate und stellen durch Vergleich mit dem gemessenen Diffusionskoeffizienten fest, daß ein cyclisches Tetra- vanadation am wahrscheinlichsten ist. R. Mattes⁴⁸⁾ schließt aus dem Abstand der symmetrischen und asymmetrischen V-O-V-Valenzschwingung im Lösungs-Ramanspektrum auf einen engen V-O-V-Bindungswinkel, wodurch eine Ringstruktur wahrscheinlicher anzunehmen ist als eine Kettenstruktur. N. Ingri²⁴⁾ postuliert ein cyclisches Trivanadation mit fünffach koordiniertem Vanadin in der Annahme, daß das Vanadin in wäßriger Lösung eine höhere Koordinationszahl bevorzugen wird.

Tetraalkylammoniummetavanadate wurden bisher nur in amorpher oder mikrokristalliner Form gewonnen. Es war daher zunächst Aufgabe der vorliegenden Arbeit, Methoden zur Darstellung von Einkristallen auszuarbeiten, und zu prüfen, welches Tetraalkylammoniumkation die beständigste Verbindung liefert.

2. Darstellung von Einkristallen von Tetraalkyl- ammoniummetavanadaten

Tetrabutylammoniumtetravanadat löst sich in zahlreichen organischen Solventien mit geringer und mittlerer Polarität. Es ist dagegen unlöslich in Äther, Tetrachlorkohlenstoff und Kohlenwasserstoffen.

Die durch Fällung mit Äther aus acetonischer Lösung erhaltenen Kristalle, die zur Charakterisierung der Substanz verwendet wurden, sind für strukturanalytische Untersuchungen viel zu klein. Es wurde deshalb zunächst versucht, das Kristallwachstum zu verbessern, indem der Äther nur ganz vorsichtig bis zur ersten Trübung zugesetzt und die Lösung dann im Kühlschrank stehengelassen wurde. Dabei wurden jedoch nur winzige Substanzmengen ausgeschieden, der Temperaturkoeffizient der Löslichkeit ist offenbar gering. Beim Stehenlassen in einem geöffneten Gefäß kommt es nur zur vorübergehenden Ausscheidung weniger Kristalle, die sich nach kurzer Zeit wieder auflösen, weil das Fällungsmittel Äther schneller verdampft als das Lösungsmittel Aceton. Es wurde deshalb in der Folgezeit versucht, Kristalle durch Zugabe solcher Lösungsmittel abzuscheiden, die einen geringeren Dampfdruck haben als Aceton. Verwendet wurden Benzol, Xylol, Tetrachlorkohlenstoff und Dioxan. Dabei wurde immer jeweils von Lösungen unterschiedlicher Konzentration an Tetrabutylammoniumtetravanadat in Aceton ausgegangen. Da sich beim Stehen im offenen Kolben an der Luft das

Mischungsverhältnis jetzt zuungunsten des Acetons verändert, kommt es nach einigen Stunden oder Tagen zur Abscheidung des Tetravanadats. Eine zu schnelle Ausfällung, wie sie durch Zugabe eines schwer verdampfenden Fällungsmittels oder bei Verwendung einer zu konzentrierten Ausgangslösung erreicht wird, führt leicht zur Abscheidung einer öligen Substanz. Unter einigen Versuchsbedingungen wurden zwar schöne und große Kristalle erhalten, die aber, offenbar durch Bedeckung mit einer kleinen Ölschicht so fest am Kolbenboden haften, daß sie nicht ohne mechanische Zerstörung daraus zu entfernen sind. Als am besten geeignet erwies sich folgende Methode;

Darstellung des Tetrabutylammoniummetavanadats:

1 g reines Vanadinpentoxid wird 3 Tage mit 110 ml einer 0,1 n Lösung von Tetrabutylammoniumhydroxid in Isopropanol-Methanol geschüttelt. Die Lösung muß beim Auftropfen auf feuchtes Indikatorpapier einen pH-Wert von 8 - 9 anzeigen. Nach Abfiltrieren des Rückstandes wird die Lösung in ein 1 l-Becherglas gegeben. Nach weitgehendem Verdunsten der Lösungsmittel (ca. 2 Tage) bleibt eine gelbe, zähe Substanz übrig, die in Aceton gelöst wird. 100 ml der ca. 3%-igen Lösung werden in einem 1 l-Kolben mit etwa 200 ml Benzol versetzt. Nach 3-tägigem Stehen scheiden sich an der Kolbenwand durchsichtige Kristalle mit einem Durchmesser bis zu ca. 0,15 mm ab. In diesem Falle lassen sich die Kristalle

durch leichtes Schütteln von der Kolbenwand lösen. Sie sind unter der Mutterlauge längere Zeit haltbar. Bei zu langem Stehen kommt es allerdings leicht zur Abscheidung von Ölen, und die Kristalle sind dann nicht mehr gut aus der Lösung herauszuholen.

Da vorauszusehen war, daß sich die große Anzahl der Kohlenstoffatome in der Tetrabutylammoniumverbindung erschwerend auf die Strukturbestimmung auswirkt, wurde daneben versucht, eine analoge Tetraäthylammoniumverbindung darzustellen. Tetraäthylammoniumhydroxid ist nicht im Handel erhältlich. Es wurde nach Vorschrift von H. Erdmann⁴⁹⁾ durch Umsetzung von Tetraäthylammoniumbromidlösung mit Silberoxid, das kurz vorher aus einer Lösung von Silbernitrat mit 20%-iger Natronlauge gefällt und durch Digerieren mit Wasser und Dekantieren gut gereinigt worden war, dargestellt. Zur Gewinnung eines Rohproduktes wurde zunächst 1 g V_2O_5 mit 100 ml einer 10%-igen methanolischen Lösung von Tetraäthylammoniumhydroxid geschüttelt. Nach etwa 3 Tagen hat sich so viel V_2O_5 gelöst, daß beim Auftropfen der Lösung auf ein feuchtes pH-Papier ein pH-Wert zwischen 8 - 9 angezeigt wird. Nach Abfiltrieren des Rückstandes wird die Lösung eingeengt. Es verbleibt eine zähe gelbe Substanz, die in Aceton aufgenommen wird. Farblose Kristalle von Tetraäthylammoniumtetravanadat lassen sich am zweckmäßigsten in der oben beschriebenen Weise

durch Zugabe von Tetrachlorkohlenstoff erhalten. Sie sind jedoch so extrem druckempfindlich, daß es wohl unmöglich sein wird, sie unversehrt in ein Markröhrchen zu bringen oder auf einem Glasstab aufzukleben. Die Tetraäthylverbindung ist zudem empfindlicher gegenüber Luft und Feuchtigkeit als die Tetrabutylverbindung. Aus diesem Grunde wurden röntgenografische Voruntersuchungen nur mit der Tetrabutylammoniumverbindung durchgeführt.

3. Röntgenografische Voruntersuchungen

Zur Durchführung von Justieraufnahmen an einer Weissenberg-Kamera wurden möglichst große Kristalle bis etwa 0,2 mm Ø, die durch vorsichtiges Abfiltrieren aus der Aceton-Benzol Lösung gewonnen waren, auf einen Glasstab geklebt. Die Aufnahmen zeigten jedoch nur wenige Reflexe bei niedrigen Beugungswinkeln. Wiederholungen der Aufnahmen am gleichen Kristall ergaben trotz längerer Belichtungszeit noch schwächere und erheblich diffusere Reflexe. Nachdem auch ähnliche Versuche mit anderen Kristallen das gleiche Ergebnis brachten, wurde angenommen, daß die offensichtliche Zerstörung der Einkristalle durch Luft oder Feuchtigkeit hervorgerufen wird. Unter dem Mikroskop war leicht zu erkennen, daß trockene Kristalle innerhalb kürzester Zeit trübe und rissig werden. Eine Farbänderung nach gelb, wie sie bei

einer Hydrolyse zu erwarten ist (Bildung von Dekavanadat), wurde allerdings nicht beobachtet.

Es wurde dann versucht, die Kristalle durch eine Fettschicht zu schützen. Dazu wurde von einigen Kristallen die Mutterlauge abdekantiert und sofort trockenes Benzol zugegeben. Durch mehrmaliges Dekantieren und Auffüllen wurde so die Mutterlauge völlig durch Benzol ersetzt. Zum Schluß wurde mit Benzol aufgefüllt, in dem zuvor Hahnfett gelöst worden war. Nach Verdampfen des Benzols wurde ein so präparierter Kristall auf einen Glasstab geklebt. Obwohl die mikroskopische Untersuchung zeigte, daß der Kristall klar durchsichtig blieb, war das röntgenographische Ergebnis äußerst unbefriedigend. Der präparierte Kristall war zwar etwas beständiger, die Röntgenreflexe wurden auch hier innerhalb weniger Stunden so schwach, daß es nicht einmal möglich war, die Gitterkonstanten vollständig zu bestimmen. Die Aufnahmen von Kristallen zeigten deutliche Pulverlinien. Ein günstigeres Ergebnis brachten erst Untersuchungen an Kristallen, die in Markröhrchen unter flüssigem Benzol eingeschmolzen waren. Schwenkaufnahmen an einem solchem Kristall, die unter gleichen Bedingungen mehrmals wiederholt wurden, zeigten noch nach mehreren Tagen nahezu die gleiche Reflexintensität wie zu Beginn der Untersuchung. Die größten Schwierigkeiten bereitete das Fixieren der Kristalle im Markröhrchen wegen ihrer hohen mechanischen Empfindlichkeit. Nach vielen Versuchen er-

wies sich am zweckmäßigsten, Markröhrchen etwa auf halber Länge zu verengen, einen frisch aus Benzol entnommenen Kristall hineinzubringen und sofort mit Benzol hinunterzuspülen. In den meisten Fällen bleibt der Kristall fest an der Verengung sitzen. Das mit Benzol gefüllte Röhrchen wird dann an beiden Seiten abgeschmolzen.

4. Die Strukturermittlung des Tetrabutylammonium-
tetravanadats $\left[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4 \right]_3 \text{HV}_4\text{O}_{12}$

4.1. Messungen

Die Messungen der Beugungsintensitäten wurden an einem, im Markröhrchen unter flüssigem Benzol eingeschmolzenen nahezu würfelförmigen Kristall der Kantenlänge 0,14 mm mit einem automatischen Vierkreisdiffraktometer der Firma Syntex durchgeführt⁺⁾ . Für die Messungen wurde MoK α -Strahlung verwendet. Zunächst wurden durch Verfeinerung von 8 durch eine Drehkristallaufnahme ermittelten Reflexen folgende Gitterparameter bestimmt:

$$\begin{array}{lll} a = 12,347 \text{ \AA} & \pm 0,005 & \alpha = 90,0^\circ \pm 0,05 \\ b = 24,463 \text{ \AA} & \pm 0,005 & \beta = 92,4^\circ \pm 0,05 \\ c = 23,236 \text{ \AA} & \pm 0,005 & \gamma = 90,0^\circ \pm 0,05 \end{array}$$

$$V = 7011,6 \text{ \AA}^3$$

⁺⁾ Für die Durchführung der Messungen danke ich herzlich Herrn Dr. Joachim Pickhardt von der Technischen Universität Berlin

Da die Dichte der Substanz aus dem Schwebeverhalten in Chloroform-Benzol Gemischen annähernd bekannt war ($1,0 - 1,1 \text{ g/cm}^3$), konnte angenommen werden, daß die monokline Elementarzelle vier Formeleinheiten enthält. Für diesen Fall beträgt die berechnete Dichte

$$d_c = 1,07 \text{ g/cm}^3.$$

Wegen der geringen Größe des Kristalls und der verhältnismäßig hohen Absorption durch das Glas und besonders durch das Benzol konnten nur Reflexe bis zu einem Beugungswinkel von $2\theta = 25^\circ$ gemessen werden.

Insgesamt wurden 1630 Reflexe gemessen, davon 410 mit F_o -Werten $< 2\sigma$ als unbeobachtet eingestuft. Es zeigte sich, daß Reflexe für Indizes

$h0l$ nur für $l = 2n$ und

$0k0$ nur für $k = 2n$

auftreten. Danach wurde die Raumgruppe $P2_1/c$ mit den Punktlagen

$$x, y, z; \bar{x}, \bar{y}, \bar{z}; \bar{x}, 1/2 + y, 1/2 - z; x, 1/2 - y, 1/2 + z;$$

zugeordnet. Die Meßdaten wurden mit Hilfe von Programmen des Programmsystems X-Ray.-72 weiterverarbeitet.

4. 2. Ermittlung der Vanadinpositionen

Es wurde zunächst versucht, die Struktur nach der Schweratom-Methode zu lösen. Eine normale dreidimensionale Pattersonsynthese ergab jedoch nur eine nahezu gleichmäßige Elektronendichte-Verteilung über die gesamte Zelle. In einer geschärften Patterson-Synthese auf der Grundlage von E-Werten konnten zwar einige intensive Peaks erkannt werden, es gelang jedoch nicht, ein plausibles Strukturmodell abzuleiten. Deshalb wurde versucht, das Phasenproblem mit direkten Methoden zu lösen. Benutzt wurde hierzu das X-RAY Programm "PHASE". Mit Hilfe des Programms "SINGEN" wurden mit E-Werten SIGMA 2-Beziehungen aufgestellt:

$$H1 + H2 + H3 = 0$$

d. h. gegenüber der Translation der Elementarzelle ist das Produkt dieser Indizestripel invariant. Anschließend wurde versucht, den Nullpunkt durch Wahl von drei Reflexen festzulegen, deren Determinante, reduziert auf die Basis 2, +1 oder -1 ist und die an möglichst vielen SIGMA2-Beziehungen beteiligt sind und große E-Werte besitzen. Es wurden folgende Reflexe gewählt:

Reflex	E-Wert	Vorzeichen
-1 6 2	4,51	+
-3 1 4	3,75	+
3 8 7	3,70	+

Bei einer zugelassenen Mindestwahrscheinlichkeit von 90% konnten jedoch nicht genügend Phasen bestimmt werden. Erst die Aufnahme eines zusätzlichen Reflexes

Reflex	E-Wert	Vorzeichen
5 1 8	2,75	+

in die Rechnung erbrachte die Festlegung von genügend Vorzeichen. Eine kurze Betrachtung der beiden Fourier-Synthesen, die bei Eingabe des Zusatzreflexes mit positivem und negativem Vorzeichen erhalten wurden, zeigte sofort, welche der beiden Lösungen die richtige war. Die Positionen der vier röntgenographisch unabhängigen Vanadinatome in der Viertelzelle waren klar erkennbar, die Atome besaßen vernünftige Abstände zueinander. Obwohl in der Fourier-Synthese bereits die Positionen der Sauerstoffatome ziemlich gut lokalisierbar waren, wurden zunächst nur die Vanadinparameter mit einem Least-Square-Programm (CRYLSQ) verfeinert. Die Verfeinerung ergab zwar einen R-Wert von 46,8%, wobei jedoch zu bedenken ist, daß die Vanadinatome nur ca. 10% zur Gesamtelektronenzahl beitragen.

4. 3. Ermittlung der Leichtatompositionen

Aus der im Anschluß an die Verfeinerung der Vanadinparameter erhaltenen Differenz-Fourier-Synthese ließen sich leicht die 12 Sauerstoffatome erkennen; sie waren

unter den 13 stärksten Peaks aufgrund ihrer Anordnung und ihrer Abstände zu den Vanadinatomen eindeutig zu lokalisieren. Die zusätzliche Verfeinerung ihrer Positionen erbrachte einen R-Wert von 35,3%. Die Positionen der N- und C-Atome wurden dann sukzessiv aus mehreren Differenz-Fourier-Synthesen ermittelt. Dabei wurden jeweils die Bindungslängen und der Winkel der stärksten Peaks zu den bereits bekannten Atomen und zueinander untersucht (Programme PEKPIK und BONDLA). Die Bestimmung der Positionen der Stickstoffatome und der ersten und zweiten C-Atome der 12 Butylketten machte keine Schwierigkeiten. Dagegen war das Auffinden der Endglieder der Butylketten stark erschwert; die Temperaturfaktoren der C-Atome nehmen mit steigendem Abstand vom Stickstoffatom stark zu. Ferner war leicht zu erkennen, daß einige der endständigen C-Atome fehlgeordnet sind. Dabei sind allerdings die terminalen Methylgruppen nicht völlig statistisch verteilt, sondern es scheinen bei einigen dieser Methylgruppen mehrere bevorzugte Lagen zu existieren. In der Differenz-Fourier-Synthese erscheinen in allen Fällen, in denen endständige C-Atome mit extrem hohen Temperaturfaktoren auftreten, unter vernünftigen Abständen und Winkeln zum Nachbaratom ein oder zwei andere Peaks, die ebenfalls als C-Atompositionen gedeutet werden könnten. Da genaue C-Atomlagen im vorliegenden Fall nicht von großem Interesse waren, wurde mit Rücksicht auf die hohe benötigte Rechenzeit

nicht versucht, eine Verteilung der C-Atom-Elektronendichte auf diese unterschiedlichen Positionen zu ermitteln. Insgesamt erbrachte die Verfeinerung des Modells bei Berechnung isotroper Temperaturfaktoren für die C-Atome einen R-Wert von 13,4%, bei Berücksichtigung anisotroper Temperaturfaktoren von 12,8%.

4. 4. Beschreibung der Struktur

Das Hydrogenmetavanation $\text{HV}_4\text{O}_{12}^{3-}$, besteht aus einem Ring von vier VO_4 -Tetraedern, die über gemeinsame Sauerstoffatome miteinander eckenverknüpft sind.

Abbildung 4 zeigt die Projektion des Anions in Blickrichtung 010. Durch Drehung um die a-Achse um 55° ist erkennbar (Abbildung 5), daß die vier verbrückenden Sauerstoffatome ein Quadrat bilden, die Vanadinatome liegen alternierend oberhalb und unterhalb dessen Ebene.

O(1) - O(2)	2,97 Å	O(1)-O(2)-O(3)	$90,7^\circ$
O(2) - O(3)	2,89 Å	O(2)-O(3)-O(4)	$89,7^\circ$
O(3) - O(4)	3,09 Å	O(3)-O(4)-O(1)	$87,9^\circ$
O(4) - O(1)	2,92 Å	O(4)-O(1)-O(2)	$91,6^\circ$

Prinzipiell kann ein Ring aus 4-Tetraedern 6 Konformationen annehmen (Steger⁵⁰).

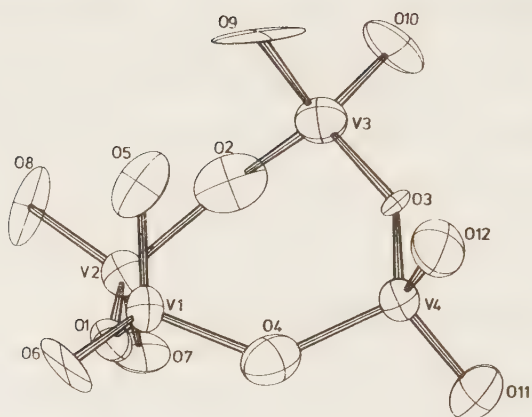


Abbildung 4

Projektion des Anions in Blickrichtung O10

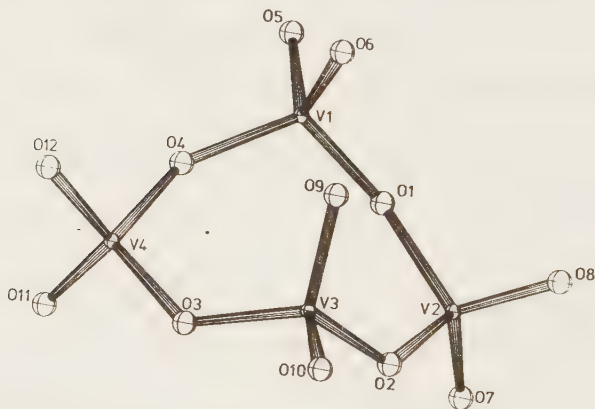


Abbildung 5

Durch Drehung um die a-Achse um 55° ist erkennbar, daß die vier verbrückenden Sauerstoffatome ein Quadrat bilden, die Vanadinatome liegen ober- und unterhalb dessen Ebene.

Der V_4O_{12} -Ring hat den gleichen Aufbau wie das S_4N_4 mit der angenäherten Eigensymmetrie D_{2d} .

Die Abstände zwischen den Vanadinatomen betragen im Mittel 3,427 Å.

$V(1) - V(2)$	3,41 Å	$V(3) - V(4)$	3,40 Å
$V(2) - V(3)$	3,50 Å	$V(4) - V(1)$	3,40 Å

Zwischen den Abständen der Vanadinatome zu den verbrückenden Sauerstoffatomen einerseits und den terminalen andererseits bestehen deutliche Unterschiede. Die Mittelwerte betrugen 1,80 bzw. 1,63 Å.

Tabelle 2 zeigt die Bindungsabstände.

V - O - Bindungsabstände		$\bar{d}$
$V(1) - O(1)$	1,803	0,03
$V(1) - O(4)$	1,797	0,03
$V(1) - O(5)$	1,650	0,03
$V(1) - O(6)$	1,590	0,03
$V(2) - O(1)$	1,778	0,04
$V(2) - O(2)$	1,787	0,04
$V(2) - O(7)$	1,560	0,03
$V(2) - O(8)$	1,628	0,03
$V(3) - O(2)$	1,805	0,04
$V(3) - O(3)$	1,669	0,04
$V(3) - O(10)$	1,691	0,04
$V(3) - O(9)$	1,853	0,04
$V(4) - O(3)$	1,900	0,04
$V(4) - O(4)$	1,862	0,04
$V(4) - O(11)$	1,619	0,04
$V(4) - O(12)$	1,567	0,04

In die Mittelung der Abstände $V-O_{\text{terminal}}$ ist der Abstand $V-O(9)$ nicht einbegriffen. Bei der Verfeinerung des Sauerstoffatoms $O(9)$ zeigte sich, daß die Lage- und Temperaturparameter nicht zur Konvergenz zu bringen waren. Die anisotropen Temperaturfaktoren lassen eine Split-Atomanordnung erwarten. Tatsächlich trat in der Differenz-Fourier-Synthese stets ein zweiter Peak auf der Verbindungslinie $V-O(9)$ in kürzerer Entfernung zum Vanadinatom auf. Es wurde daraus geschlossen, daß das Sauerstoffatom zwei Positionen einnehmen kann, eine entferntere und eine nähere zum Vanadinatom $V(3)$.

Offenbar wird das Sauerstoffatom $O(9)$ bevorzugt protoniert. Durch die Aufnahme des Protons wird die Bindungsstärke verringert, was zu einer Abstandsverlängerung führen muß.

In der Folgezeit wurde für das Sauerstoffatom $O(9)$ bei der Verfeinerung der Populationsparameter freigegeben. Er erhielt einen Wert von 0.68.

Bei Eingabe dieses Populationsparameters konvergierten die Lage- und Temperaturparameter normal. Es wurde dann versucht, den vorher beobachteten Peak in geringerer Entfernung zum Vanadinatom als Sauerstoffatom mit einem Populationsparameter 0.32 zu verfeinern. Dabei liefen aber die beiden (geteilten) Sauerstoffatome im Verlaufe mehrerer Verfeinerungszyklen aufeinander zu. Offenbar war ihr Abstand zu gering für eine getrennte

Verfeinerung. Dennoch muß angenommen werden, daß das Sauerstoffatom O(9) zu etwa 70% protoniert vorliegt.

Besonders asymmetrische anisotrope Temperaturfaktoren zeigt auch das O(5). Es ist zu vermuten, daß es als zweites Sauerstoffatom bevorzugt imstande ist, ein Proton aufzunehmen. Möglicherweise bilden sich Wasserstoffbrücken zwischen O(5) und O(9) aus.

Die O-V-O-Bindungswinkel an den vier tetraedrisch koordinierten V-Atomen liegen zwischen $104,6^\circ$ und $113,5^\circ$. Von den V-O-V-Bindungswinkeln betragen zwei 132° , die beiden anderen 146° .

V-O-V-Bindungswinkel

V(1)-O(1)-V(2)	131,6	1,73
V(2)-O(2)-V(3)	147,0	2,68
V(3)-O(3)-V(4)	145,9	2,88
V(4)-O(4)-V(1)	131,2	2,10

Abbildung 6 zeigt die Projektion des Kationeninhaltes einer Viertelzelle in die a-c-Ebene.

Berücksichtigt man die durch Symmetrieoperationen erzeugten Kationen in der Zelle, so zeigt sich, daß jedes Anion annähernd oktaedrisch von 6 Stickstoffatomen umgeben ist. Die Bindungswinkel der Kohlenstoffatome am Stickstoff entsprechen Tetraederwinkeln. Die N-C-Abstände betragen im Mittel $1,56 \text{ \AA}$, die C-C-Abstände

1,55 Å. Wegen der geringen Güte der Daten und der bereits erwähnten teilweisen Fehlordnung der Kohlenstoffatome sind allerdings die Standardabweichungen sehr hoch. Sie betragen für die Bindungen V-V 0,007 Å, für V-O 0,05 Å für N-C 0,1 Å und für C-C bis 0,2 Å, für die O-V-O-Bindungswinkel bis zu $\pm 2,5^\circ$.

Gewichtet wurden die F_c -Werte nach dem Schema:

$$w = 1/100 + 0,0015 F^2$$

Die Atomparameter sind vollständig in Tab. 7 im Anhang registriert.



Abb. 6 Projektion des Kationeninhalts einer Viertelzelle in die a-c-Ebene.

5. Die Kristallstruktur des Ammonium (2:5) molybdates
 $2(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 5\text{MoO}_3$

5. 1. Bestimmung der Zellparameter

Einkristalle der Verbindung $2(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 5\text{MoO}_3$ wurden von W. D. Hunnius zur Verfügung gestellt. Die Substanz kristallisiert aus konzentrierter heißer Ammonium-heptamolybdatlösung $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ nach Zugabe von Ammoniak bei ca. 80°C nach mehrtägigem Stehen.

Zur Bestimmung der Zellparameter wurden Drehkristall-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen gemacht. Die Elementarzelle ist triklin mit den Abmessungen

$$\begin{array}{lll} a = 10,99 \text{ \AA} & \alpha = 79,71^\circ & \\ b = 10,92 \text{ \AA} & \beta = 99,24^\circ & V = 872,28 \text{ \AA}^3 \\ c = 7,74 \text{ \AA} & \gamma = 107,13^\circ & \end{array}$$

Da nur wenige Kristalle zur Verfügung standen, konnte die Dichte nicht experimentell bestimmt werden. Sie kann aber leicht abgeschätzt werden, da die Dichte mehrerer anderer Ammoniumpolymolybdate bekannt ist.

$(\text{NH}_4)_4\text{Mo}_8\text{O}_{26} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$d = 3,08 \text{ g/cm}^3$	51)
$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_8\text{O}_{27} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$d = 3,0 \text{ g/cm}^3$	52)
$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$d = 2,498 \text{ g/cm}^3$	
$(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_2\text{O}_7$	$d = 2,83 \text{ g/cm}^3$	53)

Es ist zu erwarten, daß die Dichte etwas höher ist als die des ebenfalls wasserfreien, aber etwas basischen $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_2\text{O}_7$.

Danach muß die Zelle 2 Formeleinheiten erhalten, die berechnete Dichte beträgt für diesen Fall $3,135 \text{ g/cm}^3$.

5. 2. Messung der Reflexintensitäten

Die Intensitäten von 3380 nicht äquivalenten Reflexen wurden mit einem lochstreifengesteuerten Siemens-Vierkreisdiffraktometer nach der Fünfwert-Methode gemessen. Verwendet wurde CuK_α -Strahlung (Ni-Filter). Die Datenreduktion wurde mit Hilfe von Programmen des Programmsystems X-Ray-72 durchgeführt. Relative Strukturfaktoren wurden aus den gemessenen Intensitäten unter Berücksichtigung des Lorentz- und des Polarisationsfaktors berechnet:

$$F_{hkl}' = \sqrt{\frac{I_{hkl}}{Lp}}, \quad \begin{array}{ll} L: & \text{Lorentz-Faktor} \\ p: & \text{Polarisationsfaktor} \end{array}$$

Für die Diffraktometergeometrie ergibt sich der Lorentz-Faktor zu

$$L = \frac{1}{\sin 2\theta}$$

Der Polarisationsfaktor ergibt sich bei Verwendung von Metall-Filtern zu

$$p = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2}$$

Die Intensitätsverteilung-Statistik (Programm NORMSF) sprach mit großer Wahrscheinlichkeit für eine zentrosymmetrische Zelle. Die Verbindung kristallisiert demnach in der Raumgruppe $P\bar{1}$.

5. 3. Ermittlung der Molybdänpositionen

Verwendet man Fourier-Synthesen, die mit dem gemessenen F_{hkl}^2 -Werten als Koeffizient berechnet wurden, so erhält man die Patterson-Synthesen. Diese Patterson-Synthesen gleichen den entsprechenden Fourier-Synthesen mit dem Unterschied, daß F_{hkl}^2 -Werte als Koeffizienten auftreten. Daher kann die Patterson-Synthese direkt aus den Messdaten berechnet werden. Sie gestattet Aussagen über Länge, Richtung und Gewicht von zwischenatomaren Vektoren. Sie können aus den Höhenliniendiagrammen des Pattersonraum entnommen werden.

Die Gewichte sind dem Produkt der Elektronenzahl $Z_i \cdot Z_j$ der beteiligten Elemente i, j und der Häufigkeit der zwischenatomaren Vektoren proportional. Enthält die Elementarzellen Atome, so können neben dem Nullpunktmaximum maximal $n(n-1)$ Maxima auftreten.

Bei der vorliegenden Verbindung sollten die Maxima, die von Molybdän-Molybdän-Vektoren herrühren, aufgrund der hohen Elektronenzahl deutlich hervortreten, während die Maxima der Sauerstoffatome im Untergrund erscheinen. Die Maxima der Molybdän-Sauerstoff-Vektoren werden

nicht mit gleicher Schärfe hervortreten wie die der reinen Schweratomvektoren. Prinzipiell lassen sich Patterson-Synthesen bei zentrosymmetrischen Strukturen nach den in der Literatur beschriebenen Bildsuchmethoden lösen, wenn es gelingt, einen Einfachvektor zu lokalisieren. Im vorliegenden Falle war es nicht schwierig, das Schweratommodell in einer Patterson-Projektion in der x-y-Ebene zu erkennen, da die Molybdänatome weitgehend in dieser Ebene liegend angeordnet sind. Mit den auf den gefundenen Nullpunkt bezogenen Koordinaten für die 5 Molybdänatome der asymmetrischen Einheit wurde eine erste Fourier-Synthese berechnet, die auf einen R-Wert von 19,7% verfeinert werden konnte.

5. 4. Ermittlung der Leichtatompositionen

Zur Ermittlung der Leichtatomlagen wurden Differenz-Fourier-Synthesen durchgeführt, aus denen sowohl die Sauerstoff- wie auch die Stickstoffpositionen leicht erkannt werden konnten. Die Verfeinerung der Atomparameter ergab bei der Berücksichtigung isotroper Temperaturfaktoren einen R-Wert von 7,5%, mit anisotropen Temperaturfaktoren von 7,2%. Da die Messungen mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung durchgeführt worden waren, war es sinnvoll, eine Absorptionskorrektur durchzuführen.

Die Substanz hat einen Absorptionskoeffizienten von

$\mu = 98,7 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$. Für die Absorptionskorrektur wurde der Kristall als Parallelepipet durch Angabe von 6 Flächen beschrieben. Es ergab sich ein Kristallvolumen von $0,00122 \text{ mm}^3$. Die Berechnung wurde mit Hilfe des Programms ABSOCR durchgeführt. Die Absorptionskorrektur brachte eine Verbesserung des R-Wertes auf 5,4%, eine anschließende Extinktionskorrektur auf 5,1%. Eine Gewichtung nach dem Schema

$$w = 1/(8,5 - 0,3F_0 + 0,005F_0^2 + 40F^{-1})$$

ergab keine Änderung des R-Wertes, aber eine Verbesserung der Standardabweichungen um ca. 30%.

Die Atomparameter sind im Anhang Tabelle 8 aufgeführt.

5. 5. Beschreibung der Struktur

Die Verbindung enthält ein diskretes Dekamolybdat und ist demnach als $(\text{NH}_4)_8\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}$ zu formulieren. Das ist insofern überraschend, als sie in Wasser nur sehr schwer und sehr langsam löslich ist, so daß eine hochpolymere Struktur erwartet worden war. Das Anion besteht aus einer Einheit aus 8-kantenverknüpften MoO_6 -Oktaedern (Mo_8O_{28}), die über gemeinsame Sauerstoffatome mit 2 MoO_4 -Tetraedern verbunden ist.

(Siehe Abbildung 7)

Das Dekamolybdat ist somit das erste diskrete Isopolyanion, das gleichzeitig Metallatome in unterschiedlicher Koordination enthält. Die nur aus Oktaedern

aufgebaute Mo_8O_{28} -Einheit ist allerdings schon als Bestandteil zweier anderer Polymolybdate bekannt.^{54,55)}

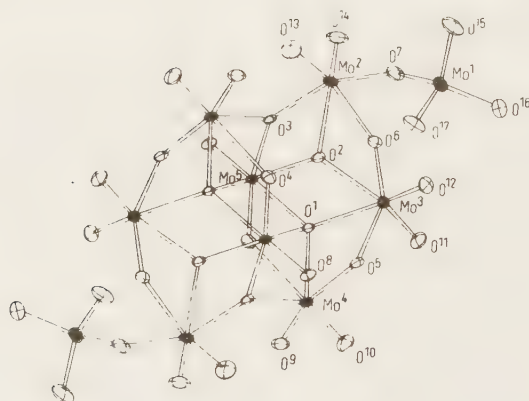
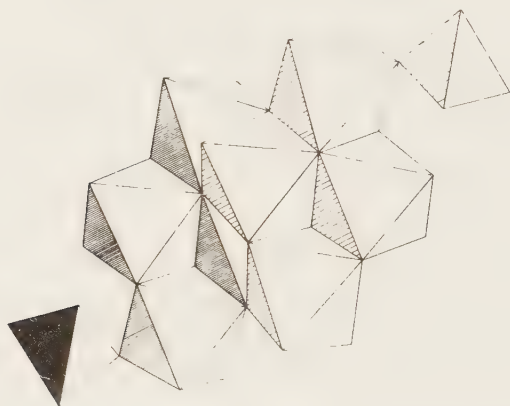


Abbildung 7 und 8

Das Anion des $(\text{NH}_4)_8\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}$

Die Abstände benachbarter Mo-Atome innerhalb der Mo_8O_{28} -Einheit betragen im Mittel 3,29 Å (3,256 - 3,387). Dagegen ist der Abstand zwischen dem tetraedrisch koordinierten Mo(1) und dem benachbarten Mo(2) deutlich länger.

Die Abstände zeigt Tabelle 3

Mo - Mo - Abstände		Å
Mo(1) - Mo(2)	3,699	0,001
Mo(2) - Mo(3)	3,387	0,001
Mo(3) - Mo(4)	3,255	0,001
Mo(2) - Mo(5)	3,259	0,001
Mo(4) - Mo(5)	3,475	0,001
Mo(5) - Mo(5 ^b)	3,533	0,001

Die Molybdän-Sauerstoff-Abstände korrelieren mit der Koordinationszahl der Sauerstoffatome. Das Anion enthält Sauerstoffatome mit den Koordinationszahlen 4 (O1), 3(O2,O3), 2(O4,O5,O6,O7) und 1(O8 bis O17). Die Abstände dafür sind in Tabelle 4 angegeben.

Mo - O- Bindungsabstände		Å
Mo(1) - O(7)	1,859	0,001
Mo(1) - O(15)	1,739	0,001
Mo(1) - O(16)	1,728	0,001
Mo(1) - O(17)	1,735	0,001

Fortsetzung Tabelle 4

Mo - O - Bindungsabstände		δ
Mo(2) - O(2)	2,256	0,005
Mo(2) - O(7)	1,935	0,006
Mo(2) - O(13)	1,734	0,008
Mo(2) - O(3)	2,022	0,004
Mo(2) - O(6)	2,209	0,007
Mo(2) - O(14)	1,668	0,006
Mo(3) - O(2)	2,390	0,006
Mo(3) - O(12)	1,721	0,005
Mo(3) - O(1)	2,187	0,005
Mo(3) - O(5)	2,033	0,005
Mo(3) - O(6)	1,806	0,005
Mo(3) - O(11)	1,750	0,008
Mo(4) - O(1)	2,180	0,005
Mo(4) - O(5)	1,864	0,005
Mo(4) - O(4)	2,403	0,007
Mo(4) - O(9)	1,711	0,006
Mo(4) - O(10)	1,729	0,008
Mo(4) - O(3)	1,968	0,005

Fortsetzung Tabelle 4

Mo - O - Bindungsabstände		Å
Mo(5) - O(2)	1,869	0,005
Mo(5) - O(1)	1,244	0,007
Mo(5) - O(4)	1,714	0,006
Mo(5) - O(8)	1,729	0,008
Mo(5) - O(3)	2,117	0,005
Mo(5) - O(1)	1,973	0,005

Die O-Mo-O-Bindungswinkel am tetraedrisch koordinierten Mo(1) entsprechen sehr gut den theoretischen Tetraederwinkeln (siehe Tabelle 5).

Tabelle 5

O-Mo-O-Bindungswinkel		°
O(17)-Mo(1)-O(16)	111,9	$\pm 0,4$
O(16)-Mo(1)-O(15)	107,7	$\pm 0,4$
O(15)-Mo(1)-O(17)	104,6	$\pm 0,4$
O(7) -Mo(1)-O(5)	110,4	$\pm 0,4$
O(7) -Mo(1)-O(6)	109,3	$\pm 0,4$
O(7) -Mo(1)-O(7)	112,7	$\pm 0,4$

Zwischen den Stickstoffatomen der Ammoniumionen und benachbarten Sauerstoffatomen sind Wasserstoffbrückenbindungen mittlerer Stärke zu erwarten (siehe Tabelle 6).

Tabelle 6

Stickstoff-Sauerstoff-Abstände		<i>b</i>
N(1) - O(5)	2,795	0,008
N(1) - O(7)	2,969	0,009
N(1) - O(9)	2,717	0,009
N(1) - O(10)	2,996	0,011
N(1) - O(13)	2,993	0,010
N(1) - O(17)	2,972	0,011
N(2) - O(3)	2,797	0,010
N(2) - O(11)	2,858	0,010
N(2) - O(14)	2,833	0,011
N(2) - O(15)	2,824	0,010
N(3) - O(4)	2,864	0,011
N(3) - O(10)	2,894	0,010
N(3) - O(12)	2,929	0,011
N(3) - O(14)	2,784	0,010
N(4) - O(12)	3,011	0,012
N(4) - O(15)	2,917	0,012
N(4) - O(17)	2,842	0,115

Der Versuch, die Wasserstoffpositionen zu ermitteln, führte zu keinem befriedigenden Resultat. Das Auffinden wird dadurch erschwert, daß die Stickstoffatome nicht in annähernd tetraedrischer Anordnung von Sauerstoffatomen umgeben sind, sondern eher in oktaedrischer. Sehr wahrscheinlich liegen nicht nur lineare Wasserstoffbrücken vor, sondern auch gegabelte.

Die Atomparameter sind vollständig in Tabelle 8 im Anhang registriert.

6. Diskussion

Bei beiden untersuchten Strukturen ist ein gemeinsames interessantes Problem die Koordinationszahl der Metallatome. Sie spielt bei Polyanionen insofern eine große Rolle, als sie Rückschlüsse auf den Reaktionsmechanismus gestattet, nach dem die Polyanionenspezies entstanden sind. Prinzipiell können 2 Reaktionstypen zu einer Aggregation führen, nämlich Kondensations- und Additionsreaktionen. Bei Kondensationsreaktionen bleibt die Koordinationszahl des Metallatoms erhalten, Additionen führen zu einer Erhöhung. Die Frage, wie Additionen im einzelnen verlaufen, ist noch ungeklärt. Möglicherweise bestehen sie in einer Hydratation und nachfolgenden Kondensation. Messungen der Reaktionsgeschwindigkeit bei der Bildung von Polyanionen haben allerdings gezeigt, daß die Reaktionen teilweise um ca. 3 Größenordnungen schneller ablaufen, als dies bisher bei Kondensationsschritten beobachtet wurde⁵⁶⁾. Deshalb wird auch eine direkte Addition von Anionen nach erfolgter Protonierung diskutiert⁵⁷⁾. Die Reaktion könnte dann primär in einer Assoziation über Wasserstoffbrücken bestehen mit einer Addition als Folge, weil durch Protonierung die Metall-Sauerstoff-Bindungslängen vergrößert werden und somit die Koordinations-sphäre des Metallatoms aufgeweitet wird.

Die Tatsache, daß das Metavanadation Vanadin in tetra-

edrischer Koordination enthält, läßt mit größter Sicherheit darauf schließen, daß bei seiner Bildung aus Monomeren nur Kondensationsreaktionen ablaufen. Die Struktur des Dekamolybdations beweist, daß noch in verhältnismäßig saurer Lösung Kondensationsreaktionen unter Beteiligung monomerer Anionen möglich sind, was bisher aufgrund der Gleichgewichtskonstanten der Molybdänsäure, H_2MoO_4 ⁵⁸⁾, für äußerst unwahrscheinlich gehalten wurde⁵⁹⁾. Allerdings ist zu berücksichtigen, daß sich das Dekamolybdation nicht bei Raumtemperatur, sondern erst oberhalb 60° bildet.

Eine direkte Beziehung zwischen Säuregrad und Koordinationszahl, die bisher oft angenommen wurde, scheint demnach nicht zu bestehen; denn das etwas weniger azide Heptamolybdation, $\text{Mo}_7\text{O}_{24}^{6-}$, ist nur aus MoO_6 -Oktaedern aufgebaut.

Der Säuregrad eines Polyanions wird in der Regel durch die sogenannte Azidifikation charakterisiert. Sie gibt die Anzahl der Mole H^+ /Metallationen an, die zur (theoretischen) Bildung einer Polyanionenspezies erforderlich ist. So hat ein Metavanadation, $\text{V}_4\text{O}_{12}^{3-}$ die Azidifikation 2 entsprechend der Bildungsgleichung



Das Metavanadation $\text{HV}_4\text{O}_{12}^{3-}$ hat dagegen die Azidifikation 2,25.

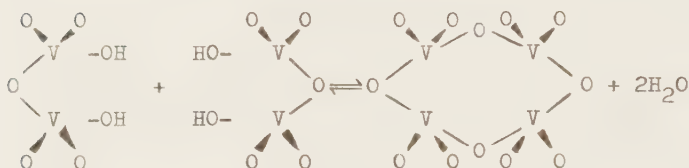


Das Dekamolybdaten entspricht der Azidifikation 1,2.



Die Bildung eines Tetravanadations läßt sich leicht durch Kondensation zweier protonierter Divanadationen erklären. Dabei sind 2 Mechanismen denkbar:

- 1) Eine Kondensation zweifach protonierter Divanadationen in einem Reaktionsschritt.



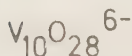
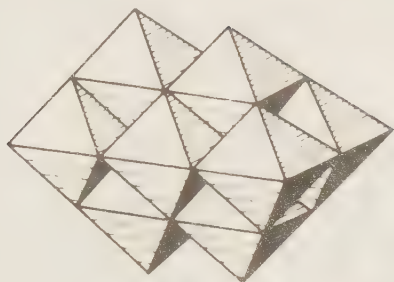
- 2) Die Kondensation zweier $\text{HV}_2\text{O}_7^{3-}$ zu einem kettenförmigen Produkt und nachfolgender Ringschluß nach Protonierung des kettenförmigen Tetravanadations



Ungleich komplizierter ist die Aggregation des Meta-
vanadations beim weiteren Ansäuern. Das nächst azidere
Polyvanadation mit bekannter Struktur ist das nur aus
 VO_6 -Oktaedern aufgebaute Dekavanadation $\text{V}_{10}\text{O}_{28}^{6-}$ (60),
das in Abbildung 9 dargestellt wird.

Abbildung 9

Dekavanadatstruktur

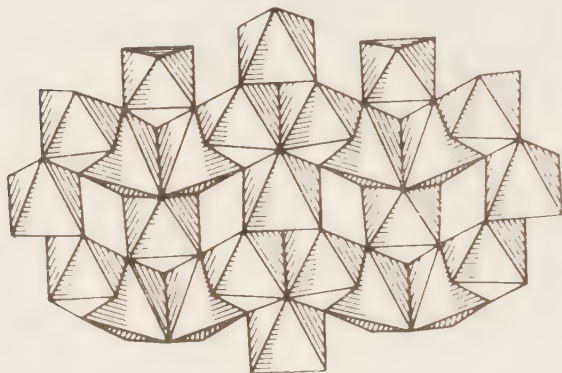


Die Frage, wie es sich aus dem Metavanadation bildet, ist noch völlig offen. Selbstverständlich müssen Additionsreaktionen beteiligt sein. Bisher ist es jedoch nicht gelungen, ein Zwischenprodukt zu fassen, das weiteren Aufschluß über diese Frage geben könnte. Man kann zwar leicht beobachten, daß beim Ansäuern einer konzentrierten Alkalimetavanadatlösung ein blutrotes Zwischenprodukt entsteht; es ist aber nur wenige Sekunden beständig, seine Zusammensetzung ist noch völlig unbekannt. Außer der Dekavanadatstruktur kennt man nur noch die Struktur eines Polyvanadats mit hochpolymeren Anion. Die Verbindung KV_3C_8 kristallisiert aus wässriger Lösung bei ca. 80°C . Sie enthält

VO_6 -Oktaedern Vanadin in Fünferkoordination⁶¹⁾.

Abbildung 10

Struktur eines Polyvanadats mit hochpolymerem Anion



Die Struktur des hochpolymeren KV_3O_8 gibt keinen Hinweis auf die Struktur eines Polyanions in der Lösung. Dagegen besteht der besondere Vorzug der Metavanadatstruktur darin, daß sie, wie die Ramanspektren beweisen, gleichzeitig Aufklärung über die Struktur des gelösten Metavanadation gibt.

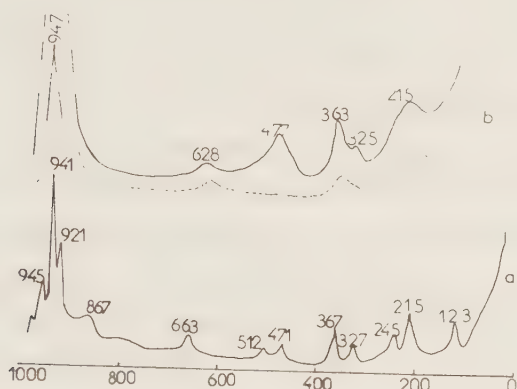
Nach Kenntnis der Struktur läßt sich das Ramanspektrum einer Alkalimetavanadatlösung weitgehend deuten.

Abbildung 11 zeigt beide Spektren.

Abbildung 11

Raman-Spektrum des Tetrabutylammoniummetavanadats a

Spektrum einer Alkalimetavanadatlösung b



Die polarisierten Banden entsprechen totalsymmetrischen Schwingungen endständiger (947cm^{-1}) und verbrückender (477cm^{-1}) Sauerstoffatome sowie der Vanadinatome (325cm^{-1}). Die Banden bei 920 und 628cm^{-1} sind asymmetrischen Schwingungen terminaler und verbrückender Sauerstoffatome zuzuordnen. Die symmetrische V-O-V-Valenzschwingung ist im Feststoffspektrum erwartungsgemäß aufgespalten (512 und 471cm^{-1}); die Winkel V1-O1-V2 und V1-O4-V4 betragen 132° , die Winkel V2-O2-V3 und V3-O3-V4 146° . Das Ramanspektrum einer Natriummeta-
vanadat-Lösung bleibt auch bei hoher Verdünnung (bis $4 \cdot 10^{-3}\text{m}$ an V) unverändert. Es liefert keinen Anhaltspunkt für ein konzentrationsabhängiges Gleichgewicht

zwischen Tetra- und Trivanadationen.

Das Ringsystem X_4O_{12} ist bereits vom Tetrametaphosphation⁶²⁾ und vom Cyclotetrasilication⁶³⁾, her bekannt.

Leider sind die Strukturdaten aus diesen älteren Arbeiten nicht präzise genug, um die Ringkonformation exakt erkennen zu lassen. E. Steger nimmt aufgrund ramanspektroskopischer Untersuchungen an, daß in Tetrametaphosphaten je nach Kation alle 6 möglichen Konformationen dieses Ringsystems auftreten können⁵⁰⁾. Ob auch das Metavanadation in anderen Konformationen auftreten kann, ist natürlich ungewiß. Die breiten Ramanbanden der V-O-V-Schwingungen lassen aber darauf schließen, daß das Ringsystem in Lösung durchschwingen kann.

Während im Vanadatsystem die Aggregationsvorgänge wenigstens bis zur Bildung des Metavanadations nach einem übersichtlichen Reaktionsschema (Folge von Kondensationsprozessen) erklärbar sind, besteht im Molybdatsystem selbst über die ersten Reaktionsschritte völlig Unklarheit. Beim Ansäuern einer Natriummolybdatlösung bildet sich sofort ein Gleichgewicht mit dem nur aus MoO_6 -Oktaedern aufgebauten Heptamolybdation, $Mo_7O_{24}^{6-}$, aus⁵⁸⁾. Ein ganz kurzlebiges tetrameres Zwischenprodukt konnte bisher nur mit Relaxationsmethoden⁵⁶⁾ nachgewiesen werden, seine Struktur ist unbekannt. Bei stärkerem Ansäuern wird das Heptamolybdation in mehreren Stufen protoniert, oberhalb der Azidi-

fikation 1,75 steigt dann der Aggregationsgrad steil an⁶⁴⁾. Es bildet sich ein Polyanion, von dem man weiß, daß es 2 negative Ladungen pro 9 Mo-Atome trägt, weil aus der Lösung Salze mit dem Base-Säure-Verhältnis 1 : 9 kristallisieren, die das gleiche Ramanspektrum zeigen wie die Lösung. Der Aggregationsgrad des Teilchens ist noch umstritten. O. Glemser vermutet aufgrund von Ultrazentrifugemessungen ein Mo_{36}^{8-} ⁶⁵⁾ und bezeichnet das Polyanion als Makroisopolymolybdat. Nach Gleichgewichtsuntersuchungen von Sasaki und Sillén⁶⁶⁾, sowie nach Messungen der Röntgenlicht-Kleinwinkelstreuung von Lindqvist⁶⁷⁾ ist der Aggregationsgrad 18 wahrscheinlicher. Obwohl also in den Natriummolybdatlösungen nur zwei Polyionenarten sicher nachweisbar sind, ist eine größere Zahl von Polymolybdaten unterschiedlicher Struktur kristallisierbar. Hierfür sind drei Ursachen denkbar:

- 1) Neben den dominierenden Spezies (Hepta- und Makroisopolymolybdat) sind in kleiner Konzentration andere Polyanionen als Gleichgewichtspartner vorhanden, die mit bestimmten Kationen extrem kleine Löslichkeitprodukte haben.
- 2) Zwischen Polyanionen und Kationen bestehen bereits in der Lösung starke Wechselwirkungen, wobei bestimmte Polyanionenarten, wohl aus sterischen Gründen, besonders stark dazu neigen, so-

daß in jedem Kationensystem andere Gleichgewichte vorliegen.

- 3) Die Mechanismen, die zur endgültigen Bildung des im Kristall vorliegenden Polyanions führen, laufen erst während des Kristallisationsvorganges ab.

Für den 1. Fall spricht z. B. die Fällbarkeit von (1 : 6)-Molybdaten aus Natriummolybdatlösung bei Zugabe bestimmter organischer Basen⁶⁸⁾, für den 2. Fall die Untersuchung des Magnesiummolybdatystems von Baldwin und Wiese⁶⁹⁾, für den 3. Fall das Auftreten hochpolymerer Anionen.

Gesichert ist das Auftreten von Polymolybdaten mit den Base-Säure-Verhältnissen 1 : 2, 3 : 7, 2 : 5, 3 : 8, 5 : 14, 4 : 15, 1 : 3, 1 : 4, 1 : 6, 1 : 8, 1 : 9, und 1 : 10. Von den Verbindungen mit dem Base-Säure-Verhältnis 1 : 4 sind zudem mehrere Strukturisomere bekannt. Auch in den 1 : 10-Molybdaten gibt es offensichtlich 2 unterschiedliche Anionenstrukturen. Bekannt sind folgende Strukturen:

- 1) Die des polymeren Ammonium (1:2)-molybdat⁷⁰⁾
(Abbildung 12)
- 2) Die Struktur des Ammoniumheptamolybdat, die zuerst von Lindqvist⁷¹⁾, H.T. Evans jr.⁷²⁾ und E. Shima⁷³⁾ aufgeklärt und mehrmals verfeinert wurde (Abbildung 13)

- 3) Die von B. Krebs und anderen aufgeklärte Struktur des polymeren Ammonium (3 : 8)-molybdates⁷⁴⁾ (Abbildung 14)
- 4) Die von Lindqvist⁷¹⁾ aufgeklärte und von Atomjan und Krasotscha⁵⁰⁾ verfeinerte Struktur des Ammonium (1 : 4)-molybdates (Abbildung 15)
- 5) Die zunächst auf schwingungsspektroskopischem Wege (Mattes, Bierbüße, Fuchs⁷⁵⁾) später röntgenographisch von Allcock⁷⁶⁾ aufgeklärte Struktur des (1:6)-Molybdates (Abbildung 16)
- 6) Die Struktur des polymeren (1 : 10)-molybdates (Krebs und Bösch⁵²⁾) (Abbildung 17)

Abbildung 12

Struktur des polymeren Ammonium (1:2)-molybdates

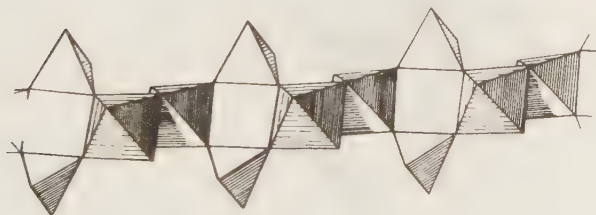


Abbildung 13

Struktur des Ammoniumheptamolybdates

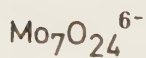
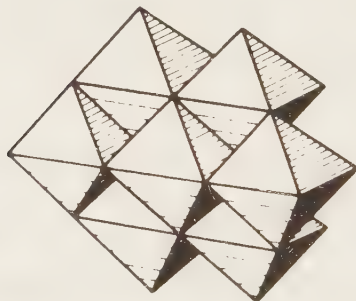


Abbildung 14

Struktur des polymeren Ammonium (3:8)-molybdates

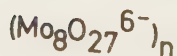
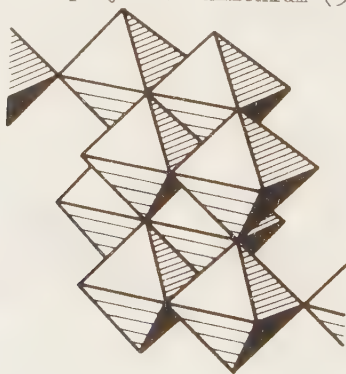


Abbildung 15

Struktur des Ammonium (1:4)-molybdates

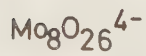
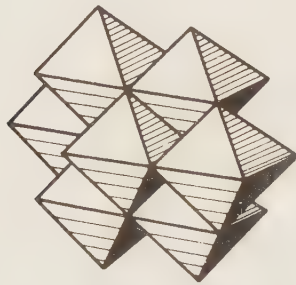


Abbildung 16

Struktur des (1:6) Molybdates

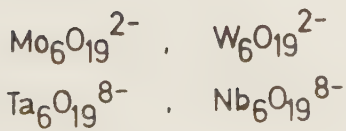
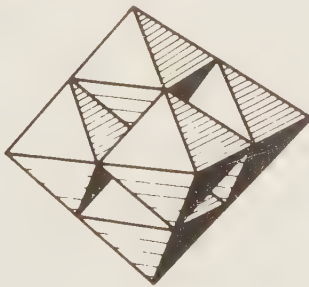
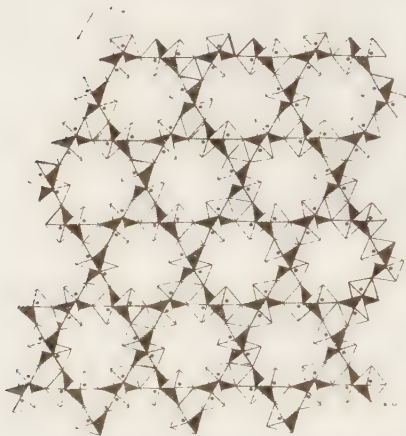


Abbildung 17

Struktur des polymeren (1:10)-molybdats



Die hier durchgeführte Strukturuntersuchung des (2:5)-Molybdats bringt neue Aspekte zum Bildungsmechanismus und zur thermodynamischen Stabilität von Polymolybdatation. Bezüglich der Mo-O-Bindungslängen passen die Ergebnisse voll in den Rahmen des bereits Bekannten, neu ist das Auftreten einer Bindung $\text{Mo}_{\text{tetr.}}\text{O}-\text{Mo}_{\text{okta.}}$. Die Bindungslänge des tetraedrisch koordinierten Molybdäns zum verbrückenden Sauerstoff wurde zu 1,859 Å

ermittelt. Sie ist damit kürzer als die Länge der Mo-O-Einfachbindung zum 6-fach koordinierten Molybdänatom ($1,978 \text{ \AA}$). Überraschend ist das Auftreten des MoO_4 -Tetraeders in diesem, einer verhältnismäßig hohen Azidifikation entsprechenden, Polyanion. Dabei darf allerdings nicht vergessen werden, daß die Verbindung nur bei höherer Temperatur aus wäßriger Lösung kristallisiert. Es fällt auf, daß die Bildung sämtlicher 4 Polyanionen, die aus heißen Lösungen kristallisieren, (1:2)-Molybdat, (1:3)-Vanadat, (2:5)-Molybdat und (3:8)-Molybdat offensichtlich bevorzugt Kondensationsreaktionen erfordert. Bei den ersten 3 Verbindungen wird dies durch das Auftreten niedriger koordinierter Metallatome bewiesen, beim (3:8)-Molybdat durch die Kondensationsstelle zwischen den Oktamolybdateinheiten. Es ist durchaus plausibel, daß bei einer Konkurrenz zwischen Kondensations- und Additionsreaktionen die ersteren stärker temperaturabhängig und bei höherer Temperatur begünstigt sein werden.

Bezüglich der Betrachtungen zur thermodynamischen Stabilität von Polyanionen liefert die Dekamolybdatstruktur insofern einen Beitrag, als sie sowohl die Theorie von Lipscomb⁷⁷⁾ als auch die von Kepert⁷⁸⁾ unterstützt.

Lipscomb nimmt an, daß das Auftreten freier Oktaederflächen, d. h. das Auftreten dreier benachbarter endständiger Sauerstoffatome im MO_6 -Oktaeder thermodyna-

misch ungünstig, wenn nicht unmöglich, ist. Aus der Tendenz heraus, die negative Ladung der Sauerstoffatome in einem MO_6 -Oktaeder möglichst gleichmäßig zu kompensieren, strebt das Metallatom innerhalb der Oktaederlücke auf die stärker negativ geladenen terminalen Sauerstoffatome zu. Diesem Bestreben ist aber durch die Größe des Metallatoms eine Grenze gesetzt, die Bindungslänge $\text{M-O}_{\text{terminal}}$ kann einen bestimmten Wert nicht unterschreiten.

Die oktamere Grundeinheit Mo_8O_{28} des Dekamolybdatations hätte zwei freie Oktaederflächen. Sie werden durch die ankondensierten MoO_4 -Tetraeder vermieden. Im (3:8)-Molybdat, das ja aus der gleichen Mo_8O_{28} -Einheit aufgebaut ist, wird dieser Effekt durch die Polykondensation erzielt, in dem aus Schmelzen darstellbaren $\text{K}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ ⁵⁵⁾, das ebenfalls die Mo_8O_{28} -Einheit enthält, durch Kantenverknüpfung der MoO_6 -Oktaeder, die sonst freie Flächen hätten.

Nach Kepert können in einem Polymetallatsystem Polyanionen nur bis zu einer bestimmten Größe aus kantenverknüpften MO_6 -Oktaedern aufgebaut werden. Grund dafür ist die zunehmende Coulomb-Abstoßung. Im Molybdatensystem liegt die Grenze bei 8, im Vanadatsystem bei 10 MO_6 -Oktaedern. Diese Bedingung ist im Dekamolybdatation erfüllt, die kompakte Oktamolybdateinheit wird durch eckenverknüpfte MoO_4 -Tetraeder erweitert.

7. Zusammenfassung

Um die Struktur des Tetrabutylammoniumhydrogentetra-
vanadats, $\left[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4 \right]_3\text{HV}_4\text{O}_{12}$, röntgenographisch auf-
klären zu können, wurde ein Verfahren zur Darstellung
von Einkristallen dieser Verbindung entwickelt. Sie
sind erhältlich, indem man eine Lösung in Aceton unter
Zusatz von Benzol langsam teilweise eindunsten läßt.
Die Einkristalle sind unter der Mutterlauge oder unter
Benzol längere Zeit beständig.

Mit einem unter flüssigem Benzol im Markröhrchen ein-
geschmolzenen Kristall wurden an einem Syntex-Vier-
kreisdiffraktometer die Intensitäten von 1630 nicht-
äquivalenten Reflexen gemessen. Die Verbindung kristal-
lisiert monoklin in der Raumgruppe $\text{P}2_1/\text{c}$ mit den
Gitterparametern

$$a = 12,347 \text{ \AA} \pm 0,005$$

$$b = 24,463 \text{ \AA} \pm 0,005$$

$$c = 23,236 \text{ \AA} \pm 0,005$$

$$\beta = 92,4^\circ \pm 0,05$$

$$V = 7011,6 \text{ \AA}^3$$

$$Z = 4$$

$$d = 1,07 \text{ g/cm}^3$$

Die Lageparameter der Vanadinatome wurden mit direkten
Methoden, die der Leichtatome sukzessiv durch Diffe-
renz-Fourier-Synthesen ermittelt.

Das Anion besteht aus vier ringförmig über gemeinsame Sauerstoffatome verknüpften VO_4 -Tetraedern. Der Ring hat annähernd die Eigensymmetrie D_{2d} . Die Lage des Protons des $\text{HV}_4\text{O}_{12}^{3-}$ konnte mit großer Wahrscheinlichkeit aufgrund der V-O-Bindungsabstände lokalisiert werden. Die Stickstoffatome der Kationen umgeben das Anion nahezu okteedrisch. Die Kohlenstoffatome der Butylketten sind teilweise fehlgeordnet. Die Struktur konnte deshalb nur auf einen R-Wert von 12,8% verfeinert werden. Da das Tetrabutylammoniumsalz gleiche Ramanspektren zeigt wie eine AlkalimetavanadatLösung, gibt die Strukturaufklärung der Substanz gleichzeitig Auskunft über die Struktur des in neutralen Vanadat($\bar{\text{V}}$)-Lösungen vorliegenden Metavanadations.

Aufgeklärt wurde ferner die Struktur des erstmalig von W.D. Hunnius kristallin dargestellten Ammonium-polymolybdates $2(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 5\text{MoO}_3$. Die Verbindung kristallisiert, wie aus Weißenberg-, Drehkristall- und Präzessionsaufnahmen hervorgeht, triklin mit den Gitterparametern

$$\begin{array}{ll} a = 10,99 \text{ \AA} \pm 0,005 & \alpha = 79,71^\circ \pm 0,05 \\ b = 10,92 \text{ \AA} \pm 0,005 & \beta = 99,24^\circ \pm 0,05 \\ c = 7,74 \text{ \AA} \pm 0,005 & \gamma = 107,13^\circ \pm 0,05 \end{array}$$

$$V = 872,28 \text{ \AA}^3$$

$$d = 3,135 \text{ g/cm}^3$$

" "

3380 Reflexintensitäten wurden mit einem Siemens-Einkristalldiffraktometer gemessen. Die Raumgruppe ist $P\bar{1}$. Durch Patterson-Methoden konnten die Molybdänpositionen ermittelt werden, die Leichtatomlagen ergaben sich aus Differenz-Fourier-Synthesen.

Die Verbindung enthält ein dekameres Polyanion, $\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}^{8-}$, das aus einer aus 8 MoO_6 -Oktaedern aufgebauten Mo_8O_{28} -Einheit besteht, die über gemeinsame Sauerstoffatome mit 2 MoO_4 -Tetraedern verknüpft ist. Mit dem $\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}^{8-}$ wird erstmalig ein Isopolyanion beobachtet, das gleichzeitig Metallatome in unterschiedlicher Koordinationszahl enthält.

Nach der Durchführung von Absorptions- und Extinktionskorrekturen wurde bei Berechnung anisotroper Temperaturfaktoren für Mo, O und N ein R-Wert von 5,1% erreicht.

Die Strukturen der beiden polysauren Salze geben Hinweise auf mögliche Reaktionsmechanismen bei der Bildung und gegenseitigen Umwandlung von Polyanionen. Sie sind ferner von Interesse für die Beurteilung der thermodynamischen Stabilität bestimmter Polyederanordnungen in Polyanionen.

TABELLE DER BEOACHTETEN UND BERECHNETEN STRUKTURFAKTOREN
ALS UNTERSCHIEDLICHE EINGESCHLUFTE REFLEXE SIND DURCH EINEN STERN
HINTER DEM FC-WERT GEKENNZEICHNET

H	K	L	1000 I ₀	1000 I _c	H	K	L	1000 I ₀	1000 I _c	H	K	L	1000 I ₀	1000 I _c
-7	2	2	472	472	-7	4	4	153	124*	-5	2	10	307	306
-7	2	4	347	427	-6	4	4	214	347	-5	3	1	309	349
-7	2	6	285	401	-6	4	6	393	120	-5	3	2	424	453
-7	2	8	242	372	-6	4	6	318	179	-5	3	3	416	289
-7	2	10	212	323	-6	4	7	228	270	-5	3	4	351	303
-7	2	12	188	284	-6	4	8	215	160	-5	3	5	616	602
-7	2	14	167	251	-6	5	1	361	252	-5	3	6	150	152*
-7	2	16	148	223	-6	5	2	520	471	-5	3	7	698	674
-7	2	18	131	197	-6	5	3	203	38	-5	3	8	158	237*
-7	2	20	116	174	-6	5	4	528	433	-5	3	9	488	171
-7	2	22	103	154	-6	5	5	100	251*	-5	3	10	214	57
-7	2	24	91	137	-6	5	6	424	432	-5	4	1	198	149
-7	3	1	300	107	-6	5	7	159	74*	-5	4	2	244	333
-7	3	2	257	261	-6	5	1	152	52*	-5	4	3	227	230
-7	3	3	183	212*	-6	5	2	221	361	-5	4	4	149	32*
-7	3	4	407	323	-6	6	3	20	166	-5	4	5	309	346
-7	4	1	333	400	-6	6	4	156	150*	-5	4	6	345	243
-7	4	2	285	358	-6	6	5	198	0	-5	4	7	393	311
-7	4	3	333	288	-6	6	6	152	56*	-5	4	8	510	493
-7	4	4	438	387	-6	7	1	157	279*	-5	4	9	349	321
-7	5	1	240	228	-6	7	2	676	578	-5	4	10	469	360
-7	5	2	337	369	-6	7	3	154	60*	-5	5	1	274	202
-7	0	2	400	320	-6	7	4	854	791	-5	5	2	173	0*
-6	0	4	300	300	-6	7	5	161	38*	-5	5	3	389	332
-6	0	6	200	200	-6	8	1	347	318	-5	5	4	175	220*
-6	0	8	100	100	-6	8	2	183	271*	-5	5	5	592	525
-6	1	1	300	300	-6	8	3	100	100	-5	5	6	504	530
-6	1	2	742	742	-6	8	4	188	213	-5	5	7	1142	1119
-6	1	3	200	200	-6	9	2	284	308	-5	5	8	385	299
-6	1	4	745	745	-6	9	4	166	68*	-5	5	9	452	211
-6	1	6	200	200	-6	9	6	150	145*	-5	6	1	152	102*
-6	1	8	160	160	-6	10	8	153	74*	-5	6	2	174	208*
-6	1	10	160	160	-6	10	10	333	350*	-5	6	3	149	58*
-6	1	12	903	903	-6	1	1	147	88*	-5	6	4	153	31*
-6	2	1	300	300	-6	1	2	308	308	-5	6	5	152	23*
-6	2	3	200	200	-6	1	3	176	145	-5	6	6	155	302*
-6	2	5	200	200	-6	1	4	178	250	-5	6	7	156	340
-6	2	7	200	200	-6	1	5	433	512	-5	6	8	767	617
-6	2	9	100	100	-6	1	6	251	310	-5	6	9	162	162*
-6	2	11	646	576	-6	1	7	530	592	-5	7	1	170	228*
-6	2	13	157	298	-6	1	8	569	690	-5	7	2	255	98
-6	2	15	508	434	-6	1	9	434	442	-5	7	3	267	269
-6	3	1	100	100	-6	1	10	322	351	-5	7	4	561	591
-6	3	2	150	150	-6	2	1	309	267	-5	7	5	333	182
-6	3	3	271	371	-6	2	2	568	490	-5	7	6	432	358
-6	3	4	153	153	-6	2	3	22	100	-5	7	7	158	65*
-6	3	5	157	271*	-6	2	4	289	271	-5	7	8	162	164*
-6	3	6	101	101	-6	5	1	148	137*	-5	8	1	561	661
-6	3	7	139	139	-6	5	6	150	49*	-5	8	2	397	335
-6	3	8	487	439	-6	2	7	434	301	-5	8	3	506	507
-6	4	1	150	150	-6	2	8	341	419	-5	8	4	228	269
-6	4	2	154	150	-6	2	9	559	471	-5	8	5	351	359

H	K	L	10FC	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-5	0	6	434	-445	-4	4	2	148	282*	-4	9	7	1045	1056
-5	4	7	281	340	-4	4	3	967	980	-4	9	8	1246	1253
-5	6	1	348	549	-4	4	4	262	63	-4	10	1	717	-554
-5	9	2	155	-407*	-4	4	5	921	-964	-4	10	2	372	269
-5	9	3	155	37*	-4	4	6	422	-523	-4	10	3	994	1023
-5	9	4	231	-34*	-4	4	7	664	645	-4	10	4	810	-874
-5	9	5	158	171*	-4	4	8	359	-429	-4	10	5	906	-1034
-5	9	6	404	336	-4	4	9	169	-142*	-4	10	6	158	234*
-5	10	1	665	632	-4	4	10	745	782	-4	10	7	719	726
-5	10	2	494	-547	-4	4	11	163	-169*	-4	11	1	155	78*
-5	10	3	473	-569	-4	5	1	237	-250	-4	11	2	326	-344
-5	10	4	392	531	-4	5	2	299	205	-4	11	3	154	-54*
-5	10	5	252	410	-4	5	3	343	222	-4	11	4	156	-97*
-5	11	1	189	104*	-4	5	4	144	-8*	-4	11	5	186	56*
-4	0	2	1134	-1130	-4	5	5	854	-696	-4	11	6	270	302
-4	0	4	1293	1458	-4	5	6	979	-972	-4	12	1	158	-75*
-4	0	6	1018	-840	-4	5	7	759	841	-4	12	2	787	-815
-4	0	8	314	-290	-4	5	8	1178	1112	-4	12	3	362	-483
-4	0	10	1270	1264	-4	5	9	155	131*	-4	12	4	889	998
-4	0	12	644	-634	-4	5	10	825	-858	-3	0	2	989	995
-4	1	1	147	-4*	-4	5	11	160	132*	-3	0	4	1447	-2049
-4	1	2	422	454	-4	6	1	256	318	-3	0	6	1175	1126
-4	1	3	148	100*	-4	6	2	1333	-1138	-3	0	8	303	-123
-4	1	4	205	-190	-4	6	3	403	-493	-3	0	10	530	-514
-4	1	5	1145	-1172	-4	6	4	147	235*	-3	0	12	756	821
-4	1	6	146	262*	-4	6	5	153	296*	-3	1	1	325	-395
-4	1	7	660	669	-4	6	6	751	-836	-3	1	2	4128	-3906
-4	1	8	441	-365	-4	6	7	241	40	-3	1	3	213	-138
-4	1	9	195	-55	-4	6	8	639	528	-3	1	4	3162	2941
-4	1	10	760	651	-4	6	9	349	-366	-3	1	5	250	324
-4	1	11	159	-26*	-4	6	10	547	-469	-3	1	6	2338	-2121
-4	1	12	685	-577	-4	7	1	162	367*	-3	1	7	149	227*
-4	2	1	252	147	-4	7	2	147	11*	-3	1	8	1174	1115
-4	2	2	863	827	-4	7	3	523	466	-3	1	9	397	-321
-4	2	3	621	-612	-4	7	4	412	-403	-3	1	10	361	-478
-4	2	4	1168	-004	-4	7	5	578	-569	-3	1	11	207	303
-4	2	5	994	695	-4	7	6	1338	973	-3	1	12	181	73*
-4	2	6	334	250	-4	7	7	155	50*	-3	1	13	161	-21*
-4	2	7	626	-777	-4	7	8	1534	-1349	-3	2	1	1082	-1033
-4	2	8	430	603	-4	7	9	369	382	-3	2	2	888	-782
-4	2	9	515	377	-4	7	10	1001	1026	-3	2	3	311	528
-4	2	10	835	-812	-4	8	1	533	535	-3	2	4	146	311*
-4	2	11	204	-164	-4	8	2	1095	1053	-3	2	5	291	-302
-4	2	12	601	484	-4	8	3	838	-835	-3	2	6	278	-370
-4	3	1	351	361	-4	8	4	148	135*	-3	2	7	584	462
-4	3	2	1017	-943	-4	8	5	808	864	-3	2	8	286	102
-4	3	3	443	-287	-4	8	6	291	200	-3	2	9	260	-5
-4	3	4	673	792	-4	8	7	655	-567	-3	2	10	175	198*
-4	3	5	244	-169	-4	8	8	161	-4*	-3	2	11	437	-259
-4	3	6	481	-397	-4	8	9	628	827	-3	2	12	356	-194
-4	3	7	293	-269	-4	9	1	149	-127*	-3	2	13	412	351
-4	3	8	457	425	-4	9	2	150	137*	-3	3	1	572	-419
-4	3	9	155	73*	-4	9	3	150	74*	-3	3	2	1196	1073
-4	3	10	157	-13*	-4	9	4	218	373	-3	3	3	558	-800
-4	3	11	289	358	-4	9	5	983	-956	-3	3	4	1171	-1287
-4	4	1	711	-600	-4	9	6	804	-752	-3	3	5	1276	1152

	J	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-2	1	8	4	147	-46*	-2	1	9	236	-337
-2	1	8	5	414	-453	-2	1	10	150	75*
-2	1	8	6	656	-498	-2	1	11	347	449
-2	1	8	7	707	-500	-2	1	12	176	-110
-2	1	8	8	841	-734	-2	1	13	159	-113*
-2	1	8	9	161	157*	-2	2	1	246	-592
-2	1	8	10	248	436	-2	2	2	680	-701
-2	1	9	1	143	209*	-2	2	3	238	249
-2	1	9	2	301	250	-2	2	4	1574	1296
-2	1	9	3	240	-326	-2	2	5	967	-856
-2	1	9	4	270	200	-2	2	6	146	125*
-2	1	9	5	844	902	-2	2	7	255	-328
-2	1	9	6	809	841	-2	2	8	147	251*
-2	1	9	7	636	-371	-2	2	9	239	-370
-2	1	9	8	652	-619	-2	2	10	150	-22*
-2	1	9	9	714	861	-2	2	11	433	243
-2	1	10	1	449	594	-2	2	12	157	125*
-2	1	10	2	663	481	-2	2	13	159	-189*
-2	1	10	3	426	-467	-2	3	1	183	-293
-2	1	10	4	542	-578	-2	3	2	459	-399
-2	1	10	5	156	247*	-2	3	3	353	432
-2	1	10	6	491	439	-2	3	4	1204	1267
-2	1	10	7	208	170	-2	3	5	144	64*
-2	1	10	8	154	-59*	-2	3	6	828	-663
-2	1	10	9	163	-200*	-2	3	7	488	-562
-2	1	11	1	170	183*	-2	3	8	520	530
-2	1	11	2	357	279	-2	3	9	622	308
-2	1	11	3	153	-77*	-2	3	10	389	345
-2	1	11	4	625	-620	-2	3	11	1105	-915
-2	1	11	5	404	-275	-2	3	12	263	314
-2	1	11	6	240	152	-2	3	13	162	207*
-2	1	11	7	185	-47*	-2	4	1	1795	1514
-2	1	12	1	275	-158	-2	4	2	1758	-1484
-2	1	12	2	154	-144*	-2	4	3	1139	-1163
-2	1	12	3	294	338	-2	4	4	235	-256
-2	1	12	4	170	-279*	-2	4	5	1154	1018
-2	1	12	5	158	65*	-2	4	6	600	-442
-2	1	12	6	214	-27	-2	4	7	347	157
-2	1	13	1	333	-417	-2	4	8	301	420
-2	1	13	2	471	-447	-2	4	9	475	498
-2	1	13	3	157	176*	-2	4	10	667	-716
-2	1	13	4	728	791	-2	4	11	717	-759
-2	1	13	5	642	-464	-2	4	12	160	-16*
-2	1	13	6	1523	1454	-2	4	13	404	355
-2	1	13	7	1271	1243	-2	5	1	516	-444
-2	1	13	8	530	-361	-2	5	2	488	-582
-2	1	13	9	185	-73	-2	5	3	1113	927
-2	1	13	10	581	-613	-2	5	4	710	-606
-2	1	13	11	332	-213	-2	5	5	147	-193*
-2	1	13	12	515	533	-2	5	6	302	378

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-1	7	12	221	177	0	0	2	5140	-5995	0	4	10	150	175*
-1	2	1	1173	-1131	0	0	4	2898	2885	0	4	11	445	-405
-1	2	2	944	-407	0	0	6	562	434	0	4	12	157	-120*
-1	4	2	1359	1193	0	0	8	273	164	0	4	13	753	551
-1	2	4	1475	1750	0	0	10	611	830	0	5	1	929	451
-1	2	5	722	-850	0	0	12	158	-132*	0	5	2	904	-1167
-1	2	6	1645	-1704	0	1	1	64	888*	0	5	3	143	-298*
-1	2	7	700	680	0	1	2	103	691*	0	5	4	1587	1538
-1	2	2	1147	890	0	1	3	698	-534	0	5	5	1257	1150
-1	2	9	750	-746	0	1	4	376	661	0	5	6	1162	-856
-1	2	10	157	-202*	0	1	5	930	924	0	5	7	351	-216
-1	2	11	159	-53*	0	1	6	2195	2169	0	5	8	193	153
-1	9	1	659	-647	0	1	7	366	-172	0	5	9	147	-213*
-1	9	2	441	440	0	1	8	416	-358	0	5	10	152	-250*
-1	9	3	764	744	0	1	9	217	87	0	5	11	157	11*
-1	9	4	146	74*	0	1	10	492	522	0	5	12	159	183*
-1	9	5	170	-154*	0	1	11	120	14*	0	5	13	184	45*
-1	9	6	187	-41	0	1	12	154	29*	0	6	0	3004	2895
-1	9	7	257	-274	0	1	13	260	96	0	6	1	986	-825
-1	9	8	248	233	0	2	0	4911	-4681	0	6	2	2216	-1904
-1	9	9	498	540	0	2	1	1524	1202	0	6	3	441	642
-1	9	10	405	404	0	2	2	1175	1185	0	6	4	1421	1539
-1	9	11	245	-249	0	2	3	863	-1685	0	6	5	648	-653
-1	10	1	486	507	0	2	4	1427	-1528	0	6	6	890	-861
-1	10	2	144	239*	0	2	5	1564	1187	0	6	7	715	595
-1	10	3	862	-693	0	2	6	145	-286*	0	6	8	457	412
-1	10	4	676	-712	0	2	7	534	-541	0	6	9	496	-486
-1	10	5	454	664	0	2	8	150	32*	0	6	10	298	315
-1	10	6	744	673	0	2	9	166	-67*	0	6	11	252	138
-1	10	7	491	-341	0	2	10	408	-497	0	6	12	500	-368
-1	10	8	443	-492	0	2	11	258	206	0	7	1	228	138
-1	10	9	297	151	0	2	12	279	354	0	7	2	288	374
-1	10	10	222	-223	0	2	13	480	-400	0	7	3	618	403
-1	11	1	704	890	0	3	1	300	-287	0	7	4	990	-1088
-1	11	2	423	-327	0	3	2	141	548	0	7	5	157	3*
-1	11	3	421	-420	0	3	3	126	377*	0	7	6	1127	1038
-1	11	4	345	298	0	3	4	1875	-1513	0	7	7	150	-198*
-1	11	5	335	334	0	3	5	2487	-2155	0	7	8	626	-612
-1	11	6	351	252	0	3	6	379	393	0	7	9	676	580
-1	11	7	295	215	0	3	7	575	638	0	7	10	155	57*
-1	11	8	382	-383	0	3	8	220	138	0	7	11	642	-702
-1	11	9	432	-343	0	3	9	403	-460	0	7	12	342	-330
-1	12	1	152	8*	0	3	10	491	-301	0	8	0	1325	-1043
-1	12	2	711	730	0	3	11	194	170	0	8	1	1286	1278
-1	12	3	309	-211	0	3	12	290	207	0	8	2	1063	1006
-1	12	4	294	-435	0	3	13	162	-234*	0	8	3	635	-530
-1	12	5	536	562	0	4	0	1713	2055	0	8	4	1128	-914
-1	12	6	120	147*	0	4	1	1501	-1108	0	8	5	421	491
-1	12	7	157	-118*	0	4	2	857	-381	0	8	6	1053	1144
-1	12	8	173	-115*	0	4	3	635	542	0	8	7	212	-377
-1	12	1	207	-269	0	4	4	1461	-1524	0	8	8	968	-956
-1	13	2	500	333	0	4	5	143	-246*	0	8	9	153	93*
-1	13	3	155	182*	0	4	6	209	-53	0	8	10	200	75
-1	13	4	233	-263	0	4	7	360	-487	0	8	11	157	158*
-1	13	5	325	-320	0	4	8	457	-311	0	9	1	149	-15*
-1	13	6	362	-301	0	4	9	423	363	0	9	2	146	167*

		L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
		1	144	-65*	-2	11	3	156	-140	-1	3	7	355	-480
			544	-147	-2	11	4	317	401	-1	3	8	770	-815
			270	207	-2	11	5	169	100*	-1	3	9	146	135*
		4	1394	1528	-2	11	6	250	-88	-1	3	10	366	280
		5	545	-477	-2	11	7	154	118*	-1	3	11	155	52*
		6	146	-20*	-2	11	8	163	-70*	-1	3	12	400	-376
		7	324	-325	-2	12	1	838	-887	-1	3	13	160	44*
		8	146	-178*	-2	12	2	149	-44*	-1	4	1	405	123
		9	213	-174	-2	12	3	412	252	-1	4	2	353	286
		10	306	554	-2	12	4	228	40	-1	4	3	639	267
		11	157	160*	-2	12	5	457	-576	-1	4	4	2222	2065
		12	246	-226	-2	12	6	159	-22*	-1	4	5	542	555
	7	1	193	56	-2	12	7	186	-162*	-1	4	6	443	-343
	7	2	174	153	-2	13	1	174	106*	-1	4	7	147	188*
	7	3	146	61*	-2	13	2	156	-4*	-1	4	8	228	-140
	7	4	637	543	-2	13	3	241	292	-1	4	9	302	-402
	7	5	247	265	-2	13	4	157	-162*	-1	4	10	590	568
	7	6	215	-125	-2	13	5	157	-259*	-1	4	11	156	14*
	7	7	144	103*	-1	0	2	1941	1930	-1	4	12	425	-267
	7	8	144	-153*	-1	0	4	321	-508	-1	4	13	311	-189
	7	9	364	260	-1	0	6	636	560	-1	5	1	870	582
	7	10	544	501	-1	0	8	174	-40*	-1	5	2	445	568
	7	11	376	-446	-1	0	10	150	-13*	-1	5	3	782	-652
	7	12	279	-312	-1	0	12	670	657	-1	5	4	768	-637
	7	1	656	616	-1	1	1	731	910	-1	5	5	598	567
	7	2	474	314	-1	1	2	539	-336	-1	5	6	202	-183
	7	3	789	-844	-1	1	3	431	-383	-1	5	7	427	269
	7	4	767	-842	-1	1	4	378	169	-1	5	8	254	354
	7	5	501	705	-1	1	5	1125	1108	-1	5	9	147	47*
	7	6	146	218*	-1	1	6	3108	-2880	-1	5	10	152	-146*
	7	7	147	246*	-1	1	7	255	255	-1	5	11	238	-152
	7	8	477	-7	-1	1	8	716	255	-1	5	12	156	110*
	7	9	196	271	-1	1	9	266	212	-1	5	13	162	-119*
	7	10	500	-547	-1	1	10	611	-511	-1	6	1	254	301
	7	11	332	172	-1	1	11	187	-170	-1	6	2	4003	3673
	7	12	305	175	-1	1	12	156	-18*	-1	6	3	203	-210
	7	1	354	-349	-1	1	13	183	-6*	-1	6	4	2323	-2345
	7	2	265	102	-1	2	1	110	-456*	-1	6	5	177	-1
	7	3	147	-14*	-1	2	2	235	-103	-1	6	6	1200	1257
	7	4	257	-149	-1	2	3	427	236	-1	6	7	162	-34*
	7	5	148	120*	-1	2	4	138	117*	-1	6	8	717	-472
	7	6	163	-226*	-1	2	5	1207	977	-1	6	9	355	225
	7	7	151	164*	-1	2	6	994	-1005	-1	6	10	220	-195
	7	8	306	-214	-1	2	7	259	-268	-1	6	11	403	-398
	7	9	799	-853	-1	2	8	515	301	-1	6	12	361	244
	7	10	336	377	-1	2	9	564	443	-1	7	1	757	829
	7	11	328	332	-1	2	10	402	-345	-1	7	2	277	-223
	7	12	335	-354	-1	2	11	152	-52*	-1	7	3	146	6*
	7	1	470	388	-1	2	12	211	-153	-1	7	4	171	158*
	7	2	637	650	-1	2	13	342	191	-1	7	5	149	-57*
	7	3	196	-28	-1	3	1	117	25*	-1	7	6	147	28*
	7	4	153	142*	-1	3	2	261	229	-1	7	7	264	-241
	7	5	159	145*	-1	3	3	837	856	-1	7	8	172	139*
	7	6	217	114	-1	3	4	142	124*	-1	7	9	261	-213
	7	7	365	-306	-1	3	5	958	-956	-1	7	10	457	-410
	7	8	149	-75*	-1	3	6	1475	1488	-1	7	11	488	581

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
0	0	3	237	243	1	1	5	1291	-804	1	5	5	555	-735
0	0	4	206	-249	1	1	6	1218	-876	1	5	6	1129	774
0	0	5	616	-696	1	1	7	267	109	1	5	7	160	45*
0	0	6	151	-78*	1	1	8	650	574	1	5	8	177	-104
0	0	7	1047	942	1	1	9	281	-228	1	5	9	150	-3*
0	0	8	197	-112	1	1	10	494	-591	1	5	10	156	-52*
0	0	9	1275	-1204	1	1	11	155	63*	1	5	11	156	-18*
0	0	10	159	-235*	1	1	12	245	281	1	5	12	163	215*
0	0	11	507	529	1	1	13	190	139*	1	5	13	194	184*
0	10	0	166	275*	1	2	0	978	875	1	6	0	1424	-1320
0	10	1	372	-288	1	2	1	577	1034	1	6	1	2413	2354
0	10	2	257	288	1	2	2	242	-632	1	6	2	608	-338
0	10	3	301	290	1	2	3	752	-985	1	6	3	2114	-1857
0	10	4	281	466	1	2	4	1297	1164	1	6	4	383	306
0	10	5	149	257*	1	2	5	1819	1130	1	6	5	295	325
0	10	6	731	-673	1	2	6	429	316	1	6	6	153	99*
0	10	7	286	-267	1	2	7	727	-893	1	6	7	241	135
0	10	8	876	775	1	2	8	422	-587	1	6	8	179	289
0	10	9	183	9*	1	2	9	893	1013	1	6	9	151	-86*
0	10	10	373	-338	1	2	10	569	492	1	6	10	520	-296
0	11	1	144	-111*	1	2	11	607	-483	1	6	11	156	-51*
0	11	2	130	-101	1	2	12	410	-101	1	6	12	570	486
0	11	3	150	-176*	1	2	13	691	490	1	7	0	193	41*
0	11	4	396	466	1	3	0	151	-1118	1	7	1	747	-831
0	11	5	333	332	1	3	1	508	-540	1	7	2	663	464
0	11	6	262	-224	1	3	2	123	-183*	1	7	3	147	171*
0	11	7	569	-450	1	3	3	473	-1399	1	7	4	232	-107
0	11	8	582	309	1	3	4	875	-519	1	7	5	180	243
0	11	9	689	650	1	3	5	943	1099	1	7	6	520	-461
0	12	0	734	479	1	3	6	793	-413	1	7	7	220	-150
0	12	1	250	-319	1	3	7	1311	-920	1	7	8	149	59*
0	12	2	563	-437	1	3	8	641	-552	1	7	9	155	-227*
0	12	3	439	471	1	3	9	247	505	1	7	10	379	265
0	12	4	370	290	1	3	10	683	738	1	7	11	303	241
0	12	5	447	-349	1	3	11	166	-369*	1	7	12	162	-34*
0	12	6	339	142	1	3	12	458	-467	1	8	0	611	485
0	12	7	160	68*	1	3	13	290	-87	1	8	1	637	-601
0	12	8	455	-483	1	4	0	1044	-613	1	8	2	232	-215
0	13	1	181	-128	1	4	1	193	-19	1	8	3	301	168
0	13	2	153	179*	1	4	2	920	1311	1	8	4	146	190*
0	13	3	266	-155	1	4	3	218	363	1	8	5	143	-109*
0	13	4	157	-129*	1	4	4	1308	-1055	1	8	6	680	-681
0	13	5	290	148	1	4	5	1468	-1263	1	8	7	530	-666
0	13	6	545	450	1	4	6	349	237	1	8	8	604	610
1	0	0	3855	-4042	1	4	7	780	722	1	8	9	491	643
1	0	2	1671	961	1	4	8	148	-218*	1	8	10	389	-272
1	0	4	1806	-2444	1	4	9	801	-742	1	8	11	359	-313
1	0	5	408	-423	1	4	10	306	290	1	9	0	146	151*
1	0	8	667	800	1	4	11	989	821	1	9	1	784	799
1	0	10	874	-859	1	4	12	476	-466	1	9	2	366	-278
1	0	12	691	423	1	4	13	842	-630	1	9	3	823	-747
1	1	0	2116	1872	1	5	0	461	-448	1	9	4	270	203
1	1	1	932	-347	1	5	1	258	-295	1	9	5	267	140
1	1	2	113	-233*	1	5	2	2906	2582	1	9	6	184	217
1	1	3	629	1350	1	5	3	1135	822	1	9	7	150	57*
1	1	4	286	617	1	5	4	1669	-1848	1	9	8	406	-476

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	0	0	171	268	2	1	0	149	-18*	3	6	1	205	-249
1	0	10	316	305	2	1	10	176	61*	3	6	2	1067	965
1	0	11	365	-297	2	1	11	297	213	3	6	3	147	-107*
1	10	0	197	-166	2	1	12	309	158	3	6	4	205	-349
1	10	1	144	111*	2	1	13	166	-94*	3	6	5	703	736
1	10	2	470	-435	2	2	0	154	4	3	6	6	146	60*
1	10	3	144	-243*	2	2	1	707	-455	3	6	7	698	-726
1	10	4	238	-244	2	2	2	1146	1110	3	6	8	275	-212
1	10	5	372	-383	2	2	3	1414	1297	3	6	9	157	-80*
1	10	6	639	581	2	2	4	2804	-2743	3	6	10	606	603
1	10	7	527	370	2	2	5	822	-695	3	6	11	230	-322
1	10	8	1117	-1105	2	2	6	666	664	3	7	0	146	21*
1	10	9	724	-672	2	2	7	635	459	3	7	1	885	890
1	10	10	411	633	2	2	8	149	80*	3	7	2	799	759
1	11	0	712	-617	2	2	9	150	-92*	3	7	3	146	54*
1	11	1	453	-625	2	2	10	152	-204*	3	7	4	692	-586
1	11	2	650	672	2	2	11	324	258	3	7	5	389	426
1	11	3	210	373	2	2	12	339	244	3	7	6	652	656
1	11	4	491	-527	2	2	13	479	-423	3	7	7	183	-221*
1	11	5	151	-46*	2	3	0	1413	1503	3	7	8	249	180
1	11	6	152	43*	2	3	1	1034	-1104	3	7	9	158	167*
1	11	7	155	-229*	2	3	2	145	-441*	3	7	10	351	-278
1	11	8	159	-237*	2	3	3	330	-401	3	8	0	1378	1360
1	11	9	444	-534	2	3	4	1127	833	3	8	1	146	190*
1	12	0	517	-620	2	3	5	545	455	3	8	2	684	-737
1	12	1	200	250	2	3	6	147	104	2	5	10	197	-124
1	12	2	188	211	2	3	7	150	-31*	2	5	11	272	235
1	12	3	264	-269	2	3	8	149	-87*	2	5	12	467	-350
1	12	4	153	4*	2	3	9	148	-65	2	6	0	1388	1220
1	12	5	439	457	2	3	10	152	9*	2	6	1	341	-296
1	12	6	547	-607	2	3	11	454	-425	2	6	2	336	-378
1	12	7	528	-453	2	3	12	416	293	2	6	3	1076	1041
1	12	8	876	904	2	3	13	456	411	2	6	4	148	183*
1	13	0	608	680	2	4	0	1474	-1733	2	6	5	1165	-924
1	13	1	156	3*	2	4	1	144	379*	2	6	6	147	402
1	13	2	510	-644	2	4	2	1012	-623	2	6	7	213	256
1	13	3	155	100*	2	4	3	1483	-1040	2	6	8	322	-103
1	13	4	482	480	2	4	4	615	932	2	6	9	258	181
1	13	5	324	-244	2	4	5	750	767	2	6	10	156	-103*
1	13	6	174	-21*	2	4	6	1154	-1022	2	6	11	262	-162
2	0	0	892	786	2	4	7	616	-478	2	6	12	166	206*
2	0	2	1070	-1078	2	4	8	352	182	2	7	0	623	564
2	0	4	4008	3720	2	4	9	238	169	2	7	1	148	205*
2	0	6	1152	467	2	4	10	328	-433	2	7	2	633	-618
2	0	8	936	-971	2	4	11	159	-182*	2	7	3	266	227
2	0	10	267	257	2	4	12	142	2*	2	7	4	346	364
2	0	12	453	-273	2	5	0	2023	-1884	2	7	5	266	227
2	1	0	1364	-1557	2	5	1	144	238*	2	7	6	346	364
2	1	1	349	405	2	5	2	772	646	2	7	7	698	-572
2	1	2	855	721	2	5	3	146	-272*	2	7	8	181	-337
2	1	3	1853	-1364	2	5	4	312	-276	2	7	9	741	729
2	1	4	537	365	2	5	5	309	59	2	7	10	152	-13*
2	1	5	1043	1252	2	5	6	706	-998	2	7	11	156	-193*
2	1	6	149	118*	2	5	7	739	-742	2	7	12	215	-110
2	1	7	544	-344	2	5	8	824	717	2	7	13	161	60*
2	1	8	148	283*	2	5	9	469	468	2	8	0	585	-503

H	K	L	10FO	10FJ	H	K	L	10FO	10FJ	H	K	L	10FO	10FJ
2	8	1	447	427	2	0	2	2490	2409	3	4	11	161	1470
2	8	2	434	381	2	0	4	2090-2036		3	4	12	170	2000
2	8	3	1010-1103		2	0	6	839	648	3	5	0	251	152
2	8	4	144	-2090	2	0	8	436	-572	3	5	1	541	-626
2	8	5	902	413	2	0	10	187	1370	3	5	2	1046	-928
2	8	6	259	205	2	0	12	254	311	3	5	3	714	-608
2	8	7	381	-220	2	1	0	1567-1766		3	5	4	523	438
2	8	8	613	-453	2	1	1	1425	1303	3	5	5	170	-00
2	8	9	200	121	2	1	2	147	-3390	3	5	6	471	451
2	8	10	427	520	2	1	3	1600-1440		3	5	7	451	273
2	8	11	160	-540	2	1	4	638	724	3	5	8	154	-1540
2	8	0	409	-477	2	1	5	254	328	3	5	9	201	-141
2	8	1	344	-424	2	1	6	500	-283	3	5	10	159	340
2	9	2	365	240	2	1	7	244	375	3	5	11	162	-470
2	9	3	160	2540	2	1	8	420	-258	3	6	0	1823-1788	
2	9	4	329	-467	2	1	9	274	-173	3	8	3	394	422
2	9	5	221	-137	2	1	10	345	231	3	8	4	599	547
2	9	6	342	-276	2	1	11	159	1840	3	8	5	930	-915
2	9	7	572	-567	2	1	12	176	-480	3	8	6	215	-218
2	9	8	773	829	2	2	0	920	790	3	8	7	1778	1728
2	9	9	373	235	2	2	1	1711-1374		3	8	8	461	343
2	9	10	476	-362	2	2	2	1125-1058		3	8	9	697	-759
2	10	0	144	1640	2	2	3	854	1068	3	8	10	730	-664
2	10	1	146	1290	2	2	4	795	903	3	9	0	334	-379
2	10	2	211	145	2	2	5	500	-465	3	9	1	424	-282
2	10	3	321	334	2	2	6	876	-825	3	9	2	386	-420
2	10	4	422	289	2	2	7	315	377	3	9	3	147	-920
2	10	5	152	-2300	2	2	8	610	597	3	9	4	190	93
2	10	6	454	-333	2	2	9	476	-536	3	9	5	153	1390
2	10	7	157	20	2	2	10	227	-80	3	9	6	244	248
2	10	8	508	385	2	2	11	159	700	3	9	7	156	1480
2	10	9	561	534	2	2	12	324	-146	3	9	8	405	-325
2	11	0	152	3010	2	3	0	432	-320	3	9	9	163	-940
2	11	1	336	259	2	3	1	545	-383	3	10	0	791	-826
2	11	2	225	-187	2	3	2	349	265	3	10	1	152	400
2	11	3	150	-1030	2	3	3	1763	1455	3	10	2	254	159
2	11	4	154	320	2	3	4	615	-823	3	10	3	478	-458
2	11	5	157	-2580	2	3	5	578	-904	3	10	4	366	-310
2	11	6	187	323	2	3	6	808	604	3	10	5	362	401
2	11	7	159	1390	2	3	7	288	74	3	10	6	156	-640
2	11	8	465	-346	2	3	8	261	-227	3	10	7	332	-447
2	12	0	213	-343	2	3	9	236	103	3	10	8	161	-2660
2	12	1	544	-603	2	3	10	157	210	3	11	0	402	386
2	12	2	153	270	2	3	11	158	-1130	3	11	1	356	-354
2	12	3	176	940	2	3	12	164	-1010	3	11	2	154	1360
2	12	4	310	-303	2	4	0	1485	1382	3	11	3	155	1260
2	12	5	169	150	2	4	1	1040	952	3	11	4	411	-416
2	12	6	263	183	2	4	2	568	-450	3	11	5	306	-353
2	12	7	223	252	2	4	3	551	-458	3	11	6	356	329
2	13	0	189	274	2	4	4	149	4490	3	11	7	162	-300
2	13	1	327	-299	2	4	5	913	-674	3	12	0	157	-850
2	13	2	352	-231	2	4	6	504	-405	3	12	1	155	-30
2	13	3	335	425	2	4	7	1141	1150	3	12	2	157	1700
2	13	4	159	1070	2	4	8	432	170	3	12	3	216	192
2	13	5	379	-506	2	4	9	393	-270	3	12	4	159	-430
3	0	0	2494-2311		3	4	10	159	-1530	3	12	5	157	-420

M	N	L	10FO	10FC	M	N	L	10FO	10FC	M	N	L	10FO	10FC
4	1	0	220	-195	4	4	10	201	-118	4	10	4	187	179*
4	1	1	349	329	4	4	11	481	-253	4	10	5	325	339
4	1	2	161	-200*	4	5	0	655	676	4	10	6	163	77*
4	1	3	544	-270	4	5	1	212	160	4	11	0	241	-417
4	1	4	2014	1749	4	5	2	275	-301	4	11	1	166	-304*
4	1	5	1306	-1204	4	5	3	443	543	4	11	2	419	-437
4	1	6	1367	1404	4	5	4	147	-13*	4	11	3	558	-369
4	1	7	1074	-872	4	5	5	149	45*	4	11	4	676	749
4	1	8	1451	1410	4	5	6	733	-549	4	11	5	626	582
4	1	9	243	162	4	5	7	155	229*	4	12	0	573	493
4	1	10	496	500	4	5	8	608	480	4	12	1	294	-169
4	1	11	179	270*	4	5	9	703	665	4	12	2	245	-119
4	1	12	149	-200*	4	5	10	813	-924	4	12	3	346	427
4	1	13	150	45*	4	6	0	1314	1354	4	0	0	597	-605
4	1	14	746	-1022	4	6	1	119	-181*	4	0	2	925	766
4	1	15	116	21*	4	6	2	749	-548	4	0	4	151	-331*
4	1	16	1326	1145	4	6	3	147	-53*	4	0	6	592	649
4	1	17	185	-236*	4	6	4	580	615	4	0	8	163	133*
4	1	18	1336	-1094	4	6	5	353	-482	4	0	10	166	98*
4	1	19	322	399	4	6	6	184	-52	4	1	0	415	-373
4	1	20	670	753	4	6	7	651	635	4	1	1	148	80*
4	1	21	191	-203*	4	6	8	181	-151*	4	1	2	399	300
4	2	0	906	-858	4	6	9	546	-516	4	1	3	216	245
4	2	1	394	300	4	6	10	188	212*	4	1	4	657	560
4	2	2	899	733	4	7	0	927	-866	4	1	5	305	-150
4	2	3	328	-710*	4	7	1	515	-596	4	1	6	1105	-940
4	2	4	849	-899	4	7	2	219	98	4	1	7	360	281
4	2	5	697	795	4	7	3	114	-664	4	1	8	1205	1202
4	2	6	911	941	4	7	4	171	-51*	4	1	9	357	-234
4	2	7	153	-238*	4	7	5	495	665	4	1	10	298	-237
4	2	8	1336	-1424	4	7	6	325	285	4	2	0	488	559
4	2	9	156	-256*	4	7	7	733	-606	4	2	1	147	194*
4	2	10	363	302	4	7	8	645	-586	4	2	2	522	-560
4	2	11	620	608	4	7	9	218	118	4	2	3	266	284
4	3	0	599	-604	4	8	0	627	-565	4	2	4	150	57*
4	3	1	147	-33*	4	8	1	470	401	4	2	5	224	277
4	3	2	327	518	4	8	2	266	409	4	2	6	223	-262
4	3	3	346	-246	4	8	3	303	-226	4	2	7	509	-458
4	3	4	690	768	4	8	4	367	-450	4	2	8	258	43
4	3	5	364	-454	4	8	5	567	559	4	2	9	865	884
4	3	6	150	-246*	4	8	6	442	366	4	3	0	425	358
4	3	7	514	278	4	8	7	948	-994	4	3	1	201	208
4	3	8	261	254	4	8	8	162	-190*	4	3	2	277	-206
4	3	9	979	-986	4	9	0	315	244	4	3	3	449	-398
4	3	10	240	239	4	9	1	267	-70	4	3	4	153	-71*
4	3	11	642	684	4	9	2	368	440	4	3	5	353	130
4	4	0	662	-734	4	9	3	723	635	4	3	6	157	118*
4	4	1	402	-475	4	9	4	208	-12	4	3	7	159	-171*
4	4	2	199	-5	4	9	5	642	-511	4	3	8	645	-532
4	4	3	1091	1109	4	9	6	259	145	4	3	9	646	514
4	4	4	469	-401	4	9	7	549	467	4	4	0	387	-354
4	4	5	143	-172*	4	9	8	194	8	4	4	1	246	-284
4	4	6	341	-144	4	10	0	282	-317	4	4	2	150	-7*
4	4	7	667	-634	4	10	1	400	-360	4	4	3	151	-223*
4	4	8	615	703	4	10	2	110	-136*	4	4	4	491	512
4	4	9	706	874	4	10	3	156	58*	4	4	5	538	-562

H	K	L	10FC	10FC	H	K	L	10FC	10FC	H	K	L	10FC	10FC
5	4	6	201	189	5	10	0	283	500	6	5	0	359	-329
5	4	7	396	384	5	10	1	427	639	6	5	1	213	214
5	4	8	434	-352	5	10	2	285	281	6	5	2	159	54*
5	4	9	1004	-1000	5	10	3	311	205	6	5	3	373	-340
5	5	0	375	-369	5	10	4	361	-318	6	5	4	160	8*
5	5	1	334	-419	5	11	0	162	79*	6	5	5	387	367
5	5	2	561	575	5	11	1	196	-270	6	5	6	163	92*
5	5	3	905	638	6	0	0	945	925	6	6	0	157	-160*
5	5	4	610	-655	6	0	2	522	-931	6	6	1	160	-218*
5	5	5	533	-627	6	0	4	579	409	6	6	2	308	-131
5	5	6	186	100*	6	0	6	159	-32*	6	6	3	158	22*
5	5	7	161	-128*	6	0	8	167	-174*	6	6	4	250	294
5	5	8	162	25*	6	1	0	817	134	6	6	5	287	-436
5	5	9	167	-112*	6	1	1	329	-352	6	7	0	162	296*
5	6	0	296	-167	6	1	2	353	-308	6	7	1	419	-390
5	6	1	460	488	6	1	3	192	179	6	7	2	271	259
5	6	2	935	818	6	1	4	733	454	6	7	3	672	622
5	6	3	429	435	6	1	5	160	-74*	6	7	4	368	-360
5	6	4	829	-843	6	1	6	197	105	6	8	0	161	-133*
5	6	5	156	-77*	6	1	7	167	86*	6	8	1	364	402
5	6	6	253	264	6	2	0	611	-552	6	8	2	474	573
5	6	7	160	-91*	6	2	1	214	-264	6	8	3	164	-138*
5	6	8	180	348*	6	2	2	581	625	7	0	0	1200	-1105
5	7	0	673	737	6	2	3	168	51*	7	0	2	1306	1270
5	7	1	872	905	6	2	4	254	-222	7	0	4	1399	-1424
5	7	2	361	-232	6	2	5	160	69*	7	1	0	696	-691
5	7	3	610	-595	6	2	6	163	44*	7	1	1	182	263*
5	7	4	595	375	6	2	7	164	108*	7	1	2	579	614
5	7	5	162	315*	6	3	0	217	-46	7	1	3	165	-35*
5	7	6	341	-223	6	3	1	268	286	7	1	4	446	-480
5	7	7	255	333	6	3	2	156	-184*	7	2	0	671	744
5	8	0	311	270	6	3	3	160	-32*	7	2	1	335	-316
5	8	1	653	-703	6	3	4	158	-59*	7	2	2	804	-720
5	8	2	469	-957	6	3	5	158	154*	7	2	3	419	461
5	8	3	190	296*	6	3	6	233	-204	7	2	4	879	834
5	8	4	885	919	6	3	7	164	-191*	7	3	0	220	200
5	8	5	161	-150*	6	4	0	207	-121	7	3	1	164	-329*
5	8	6	444	-356	6	4	1	158	186*	7	3	2	167	-344*
5	9	0	423	-582	6	4	2	156	157*	7	3	3	163	-17*
5	9	1	378	-257	6	4	3	159	-168*	7	4	0	321	318
5	9	2	431	469	6	4	4	164	-163*	7	4	1	164	148*
5	9	3	169	1*	6	4	5	453	498	7	4	2	219	-166
5	9	4	355	-457	6	4	6	163	75*	7	5	0	211	261
5	9	5	328	333	6	4	7	302	-467	7	5	1	189	297*

TABELLE DER BEOBSACHTETEN UND BERECHNETEN STRUKTURFAKTOREN
ALS UNBEOBACHTET EINGESTUFTE REFLEXE SIND DURCH EINEN STERN
HINTER DEM FC-WERT GEKENNZEICHNET

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	13	0	686	813	1	9	0	42	45	-9	-6	0	212	233
3	13	0	122	155	2	-9	0	135	-147	-8	-6	0	320	-363
4	13	0	316	356	3	9	0	840	-906	-7	-6	0	105	-132
5	13	0	496	541	4	-9	0	390	414	-6	-6	0	241	-258
1	12	0	33	-52	5	-9	0	905	-965	-5	-6	0	129	125
0	12	0	309	406	6	-9	0	1454	-1544	-4	-6	0	106	-33
1	12	0	167	196	7	-9	0	30	-315	-3	-6	0	72	-52
2	12	0	444	502	8	-9	0	216	-232	-2	-6	0	152	-141
3	12	0	111	111	9	-9	0	756	-771	-1	-6	0	1460	-1462
4	12	0	1033	1160	10	-9	0	746	-124	0	-6	0	235	243
5	12	0	381	422	11	-9	0	563	559	1	-6	0	1026	-1040
6	12	0	277	-303	7	-8	0	258	-998	2	-6	0	146	-1541
7	12	0	183	201	-6	-6	0	303	354	3	-6	0	840	-949
8	12	0	357	282	-5	8	0	41	38	4	-6	0	361	407
3	11	0	211	251	-4	-8	0	591	-649	5	-6	0	587	-581
-2	11	0	624	127	-3	8	0	966	1047	6	-6	0	565	-663
-1	11	0	60	40	-2	8	0	124	131	7	-6	0	1032	1155
0	11	0	825	942	-1	8	0	458	-481	8	-6	0	577	637
1	11	0	337	380	0	8	0	878	-915	9	-6	0	191	186
2	11	0	40	56	1	8	0	66	62	10	-6	0	137	131
3	11	0	90	68	2	8	0	187	187	11	-6	0	673	690
4	11	0	284	-316	3	8	0	183	-196	12	-6	0	345	-345
5	11	0	347	381	4	-8	0	534	-558	13	-6	0	219	209
6	11	0	80	-93	5	-8	0	90	94	-10	-5	0	153	-181
7	11	0	134	192	6	8	0	609	-774	-9	-5	0	381	-381
8	11	0	59	45	7	8	0	91	66	8	-5	0	859	677
9	11	0	336	336	8	8	0	884	958	-7	-5	0	1553	1760
10	11	0	161	180	9	8	0	1076	1110	-6	-5	0	297	335
5	10	0	508	610	10	8	0	157	-140	-5	-5	0	1053	-1133
4	10	0	181	224	11	8	0	69	-30	-4	-5	0	632	-668
-3	10	0	923	1019	12	8	0	573	-558	-3	-5	0	397	-424
-2	10	0	512	564	-8	-7	0	51	46	-2	-5	0	376	427
-1	10	0	63	66	-7	-7	0	180	205	-1	-5	0	200	179
0	10	0	592	626	-6	-7	0	375	428	0	-5	0	477	-472
1	10	0	564	620	-5	-7	0	83	94	1	-5	0	197	203
2	10	0	487	528	-4	-7	0	1199	-1312	2	-5	0	694	-762
3	10	0	1254	-1313	-3	-7	0	532	581	3	-5	0	252	273
4	10	0	331	366	-2	-7	0	969	-1019	4	-5	0	845	-968
5	10	0	238	268	-1	-7	0	1166	-1181	5	-5	0	713	-802
6	10	0	432	462	0	-7	0	1458	-1473	6	-5	0	610	-618
7	10	0	729	-763	1	7	0	226	252	7	-5	0	746	796
8	10	0	325	329	2	-7	0	1212	-1265	8	-5	0	518	-562
9	10	0	266	-260	3	7	0	1353	-1461	9	-5	0	187	-175
10	10	0	43	-7	4	-7	0	574	631	10	-5	0	1248	1217
11	10	0	218	-203	5	-7	0	145	178	11	-5	0	730	754
-6	-9	0	539	640	6	-7	0	141	150	12	-5	0	181	194
-5	-9	0	142	156	7	-7	0	438	-482	13	-5	0	273	282
-4	-9	0	192	210	8	-7	0	333	372	-11	-4	0	244	-250
-3	-9	0	217	265	9	-7	0	527	539	-10	-4	0	283	305
2	9	0	318	342	10	-7	0	164	137	-9	-4	0	373	397
-1	9	0	137	160	11	-7	0	699	-711	-8	-4	0	853	-934
0	-9	0	727	782	12	-7	0	667	665	-7	4	0	449	-480

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
6	-4		58	-445	0	2	0	530	457	5	0	0	619	-544
5	-4	0	1551	1555	1	2	0	350	394	6	0	0	128	-10
4	-4	0	1910	1927	2	-2	0	928	1007	7	0	0	35	200
-3	-4	0	909	908	3	2	0	2056	2260	8	0	0	196	-608
-2	-4	0	485	-677	4	2	0	257	234	9	0	0	16	587
1	-4	0	402	394	5	2	0	347	341	10	0	0	16	587
0	-4	0	43	40	6	2	0	935	931	11	0	0	173	100
1	-3	0	762	800	7	2	0	2100	2096	12	0	0	177	162
2	-4	0	222	244	8	-2	0	171	159	-13	1	0	686	675
3	-4	0	194	209	9	-2	0	223	210	-12	1	0	95	45
4	-4	0	407	458	10	2	0	1209	1185	-11	1	0	126	-245
5	-4	0	267	-273	11	-2	0	195	188	-10	1	0	99	45
6	-4	0	644	653	12	-2	0	252	-236	-11	1	0	10	-100
7	-4	0	666	-608	13	-2	0	287	-278	-10	1	0	178	100
8	-4	0	259	264	-12	-1	0	250	-241	-9	1	0	682	696
9	-4	0	228	225	-11	-1	0	793	-801	-8	1	0	342	340
10	-4	0	718	765	-10	-1	0	239	245	-7	1	0	171	-147
11	-4	0	240	235	9	-1	0	304	-302	-6	1	0	1213	121
12	-4	0	212	216	-8	-1	0	1035	-1119	-5	1	0	245	-27
13	-4	0	1047	1038	-7	-1	0	400	410	-4	1	0	109	110
-11	-3	0	125	-133	-6	-1	0	737	759	-3	1	0	491	-627
-10	-3	0	700	-714	-5	-1	0	263	-261	-2	1	0	57	-10
-9	-3	0	756	831	-4	-1	0	162	149	-1	1	0	1256	131
-8	-3	0	382	-409	-3	-1	0	2814	2773	0	1	0	932	4
-7	-3	0	219	235	-2	-1	0	556	573	1	1	0	593	542
-6	-3	0	255	-284	-1	-1	0	587	542	2	1	0	594	572
-5	-3	0	683	683	0	-1	0	907	902	3	1	0	3032	277
-4	-3	0	168	-174	1	-1	0	1201	1361	4	1	0	177	110
-3	-3	0	345	-342	2	-1	0	78	-31	5	1	0	296	-201
-2	-3	0	584	-574	3	-1	0	500	-437	6	1	0	642	189
-1	-3	0	1592	-1517	4	-1	0	120	118	7	1	0	462	-110
0	-3	0	1764	1651	5	-1	0	255	-234	8	1	0	1189	-119
1	-3	0	433	-385	6	-1	0	1314	1253	9	1	0	328	-102
3	3	0	714	761	7	-1	0	190	-157	10	1	0	269	140
4	3	0	1432	1626	8	-1	0	368	330	11	1	0	821	-401
5	-3	0	254	274	9	-1	0	736	696	12	1	0	255	-201
6	-3	0	237	241	10	-1	0	1133	1109	-13	2	0	296	-275
7	-3	0	1723	1744	11	-1	0	238	-236	-12	2	0	248	-235
8	-3	0	543	535	12	-1	0	70	45	-11	2	0	187	188
9	-3	0	353	350	13	-1	0	668	675	-10	2	0	1170	1155
10	-3	0	198	192	-12	0	0	180	162	-9	2	0	209	-10
11	-3	0	356	355	-11	0	0	257	254	-8	2	0	154	159
12	-3	0	40	22	-10	0	0	242	-240	-7	2	0	2021	174
13	-3	0	371	361	-9	0	0	536	557	-6	2	0	928	931
-12	-2	0	593	-611	-8	0	0	587	-608	-5	2	0	340	341
-11	-2	0	1099	-1118	-7	0	0	273	280	-4	2	0	256	-234
-10	-2	0	67	29	-6	0	0	556	-520	-3	2	0	2215	2260
-9	-2	0	143	145	-5	0	0	580	-544	-2	2	0	991	-107
-8	-2	0	122	134	-4	0	0	1217	1219	-1	2	0	367	-344
-7	-2	0	692	-719	-3	0	0	1346	1279	0	2	0	511	-457
-6	-2	0	1509	1569	-2	0	0	534	513	1	2	0	98	43
5	-2	0	221	216	-1	0	0	549	508	2	2	0	90	63
-4	-2	0	67	70	1	0	0	568	508	3	2	0	156	-41
-3	-2	0	10	-41	2	0	0	358	310	4	2	0	75	70
2	-2	0	70	63	3	0	0	1446	1279	5	2	0	240	-10
-1	-2	0	42	43	4	0	0	1336	1219	6	2	0	1710	1569

H	K	L	10FC	10FC	H	K	L	10FC	10FC	H	K	L	10FC	10FC
1			408	422	1	2		197	-186	-6	0			
2			183	199	1	2		462	-455	-7	0			
3			593	777	1	2		877	874	-8	0		75	
4			194	196	1	2		856	884	0	0			
5			604	626	1	2		213	261	0	0			
6			466	485	1	2		1100	1106	0	0			
7			401	403	1	2		279	973	0	0		203	0
8			1461	1475	1	2		809	804	1	0		62	-166
9			306	2	1	2		437	432	2	0		904	
10			454	441	-3	-2		355	662	3	0		1000	109
11			25	247	-2	-2		564	-511	4	0			
12			172	115	-1	-2		653	621	5	0		15	-133
13	4		135	139	0	-2		42	59	6	0		182	-309
14	4		172	-156	1	-2		268	-318	7	0		105	
15	4		1379	-1356	2	-2		1180	1336	8	0		9	-270
16	4		533	625	3	-2		1211	1295	9	0		87	-21
17	4		1566	1477	4	-2		1166	1170	10	0		61	53
18	4		1135	1126	5	-2		465	-457	1	0		397	-287
19	4		711	-660	6	-2		2069	2091	12	0		50	50
20	4		1892	1801	7	-2		154	167	-1	1		85	-33
21	4		740	776	8	-2		250	-241	-2	1		337	227
22	4		169	103	9	-2		425	-408	-11	1		178	
23	4		275	207	10	-2		324	316	-10	1		123	1129
24	4		162	-147	11	-2		372	-663	-9	1		364	362
25	4		147	-139	12	-2		1023	-1026	-8	1		33	-343
26	4		159	165	-12	-2		772	-765	-7	1		475	-404
27	4		518	520	-1	-2		428	432	-6	1		364	-304
28	4		712	719	-0	-2		113	100	-5	1		53	-461
29	4		1020	1131	-9	-2		213	209	-4	1		375	-41
30	4		381	368	-8	-2		470	-486	-3	1		388	0
31	4		252	250	-7	-2		1244	1280	-2	1		86	-145
32	4		227	237	-6	-2		1127	1146	-1	1		1588	1845
33	3		296	315	-5	-2		123	-126	0	1		420	370
34	3		419	425	-4	-2		795	782	1	1		744	-124
35	3		45	20	-3	-2		1555	1430	2	1		122	1515
36	3		500	536	-2	-2		956	798	3	1		645	648
37	3		505	-520	-1	-2		1200	-1128	4	1		1409	-1263
38	3		99	-91	0	-2		1250	1396	5	1		2006	-1070
39	3		679	-681	1	-2		789	-852	6	1		141	604
40	3		506	477	2	-2		229	-200	7	1		1489	-134
41	3		227	198	3	-2		299	-255	8	1		12	-511
42	3		385	-381	4	-2		220	-211	9	1		437	-444
43	3		721	739	5	-2		455	444	10	1		168	164
44	3		2050	1990	6	-2		526	494	11	1		324	-316
45	3		1081	1130	7	-2		282	277	12	1		273	-287
46	3		95	15	8	-2		553	-520	-3	2		434	-511
47	3		1337	1556	9	-2		1136	1103	-2	2		367	-51
48	3		125	134	10	-2		344	-335	-	2		1261	1204
49	3		226	225	1	-2		576	-565	-8	2		92	-27
50	3		340	-350	2	-2		460	-456	-9	2		371	360
51	3		535	542	-8	0		431	420	-8	2		216	209
52	3		489	489	-1	0		169	-176	-7	2		1337	1369
53	3		621	-624	-1	0		524	505	-6	2		38	60
54	3		102	103	-9	0		552	-575	-5	2		1443	-157
55	3		373	380	-8	0		487	525	-4	2		65	629
56	3		231	215	-7	0		100	84	-3	2		15	-11

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
4			397	300	7			47	27	7			37	133
-3			506	1373	8			37	136	-7			37	133
-2			516	528	9			87	-578	-7			37	133
-1			690	620	-5			77	-88	-7			37	133
0			722	-626	-4			18	-127	-7			37	133
1			85	56	-3			147	147	-3			212	-239
2			523	564	-2			87	83	-7			100	-63
3			142	1079	-1			23	-1416	-7			1477	-1986
4			222	-224	0			37	-476	7			433	437
5			638	510	1			3	-58	7			327	327
-10			183	-180	2			807	-177	-7			37	133
-9			357	-336	3			1347	-1377	-7			37	133
-8			62	45	4			265	271	-7			1319	1412
-7			844	792	5			80	64	-7			705	762
-6			69	-93	6			359	-395	6			127	-112
-5			425	381	7			207	207	7			607	643
-4			276	-310	8			47	177	8			78	-40
-2			177	56	9			181	177	9			58	287
-1			410	-380	10			137	-142	-7			22	-117
0			1015	-942	-6			34	-377	11			138	-142
1			37	40	-5			80	-67	12			281	-267
2			768	720	-4			181	177	-7			118	127
3			268	-251	-3			109	-120	-7			266	297
-8			403	362	-2			38	-65	-7			306	-359
-7			214	211	-1			78	44	-7			317	323
-6			322	-303	0			47	207	-5			357	-398
-5			468	423	1			131	-127	-4			307	311
4			1256	1160	2			1507	-1576	-3			437	-426
-3			137	111	3			74	-82	-2			1077	-1077
-2			544	502	4			475	-497	-1			637	-623
-1			221	196	5			747	-747	-7			114	81
0			427	406	6			1147	-1107	1			274	-254
1			48	-62	7			679	677	2			1477	-1527
-5			587	547	8			299	277	3			885	1000
-4			376	356	9			463	-467	-4			710	778
-3			176	-155	10			507	475	5			367	379
-2			840	813	11			718	503	6			127	115
-1			63	-62	-7			837	-947	7			1719	1856
0			62	-71	-6			708	-113	-7			716	750
1			320	356	-5			702	-99	9			172	-122
2			332	-370	-4			1077	-1505	10			689	694
3			246	250	-3			727	77	-7			727	-130
4			48	42	-2			130	117	12			50	87
5			254	-280	-1			434	477	-11			57	-42
6			1004	-1057	0			37	-367	-7			707	707
7			50	37	1			508	497	-8			1047	-1105
-3			53	32	2			223	217	-7			766	-166
-2			145	-162	3			6	-35	-6			524	544
-1			566	-635	4			216	217	-5			407	-43
0			978	-1107	5			929	-977	-4			772	-797
1			38	44	6			99	206	-3			1353	1359
2			38	-257	7			232	-248	-2			54	120
3			372	-411	8			356	-371	-1			377	-400
4			208	220	9			485	-485	0			64	-59
5			354	-386	10			955	925	1			127	-115
6			427	468	11			407	377	2			112	-97

[illegible]

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									
					4									
					5									
					6									
					7									
					8									
					9									
					0									
					1									
					2									
					3									

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
7					-10	2		-26						
					-10	2		-47						
					-10	2		-161						
					-10	2		-64						
					-10	2		-41						
					-10	2		-36						
					-10	2		-36						
					-10	2		-42						
					-10	2		-280						
2					-10	2		-546						
3					-10	2		-767						
4					-10	2		-41						
5					-10	2		-548						
0					-10	2		-360						
-6					-10	2		-108						
-7					-10	2		-237						
-7					-10	2		-251						
-7					-10	2		-251						
-4					-10	2		-213						
					-10	2		-473						
					-10	2		-103						
					-10	2		-72						
					-10	2		-667						
					-10	2		-611						
					-10	2		-102						
					-10	2		-557						
					-10	2		-713						
					-10	2		-627						
					-10	2		-1012						
					-10	2		-677						
					-10	2		-62						
					-10	2		-877						
					-10	2		-334						
					-10	2		-234						
					-10	2		-51						
					-10	2		-216						
					-10	2		-182						
					-10	2		-1043						
					-10	2		-214						
					-10	2		-375						
					-10	2		-65						
					-10	2		-211						
					-10	2		-74						
					-10	2		-321						
					-10	2		-191						
					-10	2		-192						
					-10	2		-633						
					-10	2		-358						
					-10	2		-224						
					-10	2		-1009						
					-10	2		-555						
					-10	2		-231						
					-10	2		-165						
					-10	2		-40						
					-10	2		-1072						
					-10	2		-114						
					-10	2		-875						
					-10	2		-381						

H	K	L 10FO	10FC	H	K	L 10FO	10FC	H	K	L 10FO	10FC			
-5		-72	-482	-3		31	-1	3	2	777	-770			
-5			-483	-2		32	-1		2	967	-802			
-4			-484	-1		33	-1		2	6040	-1845			
-4		54	-484	0		34	-1		2	414	330			
-4				1		35	-1		2	452	-424			
-4		41	-485	2		36	-1		2	216	-180			
		5		3		37	-1			172	-112			
		61	77	4		38	-1			181	-161			
		13		5	-2	39	-1			64	3			
		2081		6		40	-1			50	-11			
		57	-77	7		41	-1	-13		504	170			
-1	-4	2	1233	12		2	635	-13	2	73	-11			
-4	2	682	1506	9		2	8	-1	1	2	371	345		
-4	2	557	695	10		2	63	-1	1		9	80		
2	-4	2	891	-10	-2	2	71	-712	-9	2	457	-434		
3	-4	2	165	-11	-2	2	72	-106	-8	2	176	-165		
-4	2	369	-362	-12	-1	2	305	295	-1	1	2	205	-183	
-4	2	260	252	-13	-1	2	302	492	-2	1	2	183	-171	
-4	2	64	-35	-14	-1	2	1137	1125	-5	1	2	39	-1000	
7	-4	2	278	-15	-1	2	301	-346	-6	1	2	567	553	
-4	2	357	247	-16	-1	2	1195	1228	-3	1	2	945	-966	
9	-4	2	530	-17	-1	2	1103	1110	-7	1	2	895	838	
10	-4	2	-42	-18	-1	2	531	525	-1	1	2	176	153	
11	-4	2	652	-19	-1	2	531	-846	1	1	2	348	-346	
-4	2	47	-58	-20	-1	2	78	646	1	1	2	1649	-1673	
-1	-3	2	37	-515	-21	-1	2	225	213	2	1	2	173	139
-1	-2	2	372	385	-22	-1	2	1864	-1645	3	1	2	373	-351
-2	-3	2	358	-345	-23	-1	2	125	-516	4	1	2	3266	-3215
-1	-3	2	431	470	-24	-1	2	849	-882	5	1	2	1225	-1132
-3	-3	2	141	-725	1	-1	2	112	82	6	1	2	333	-315
-3	-3	2	104	602	2	-1	2	1047	-1103	7	1	2	731	-692
-4	-3	2	347	359	3	-1	2	224	210	8	1	2	1290	-1250
-3	-3	2	474	415	4	-1	2	327	-317	9	1	2	743	716
-3	-3	2	575	-545	5	-1	2	55	611	10	1	2	114	84
-1	-3	2	366	2355	6	-1	2	55	266	11	1	2	192	176
-3	2	1075	1616	7	-1	2	1021	-989	-13	2	2	160	-158	
-3	2	221	-354	8	-1	2	210	-196	-12	2	2	120	101	
-3	2	272	575	9	-1	2	57	5	-11	2	2	591	598	
-3	2	338	362	10	-1	2	20	-525	-10	2	2	569	578	
-3	2	97	80	11	-1	2	1377	-1407	-9	2	2	1304	-1325	
5	-3	2	1440	-1572	12	-1	2	109	113	-8	2	2	354	320
-3	2	755	-742	-12	0	2	95	-73	-7	2	2	229	-219	
8	-3	2	345	-344	-11	0	2	189	-165	-6	2	2	1061	-1049
9	-3	2	465	-250	-10	0	2	56	18	-5	2	2	1586	-1586
-3	2	275	-264	-9	0	2	91	34	-4	2	2	397	-393	
-3	2	40	-195	-8	0	2	228	232	-8	2	2	203	-197	
-3	2	104	-80	-7	0	2	880	878	-2	2	2	1444	-1481	
-3	2	213	-212	-6	0	2	629	-633	-1	2	2	109	135	
-3	2	193	93	-5	0	2	569	574	0	2	2	740	-685	
-3	2	931	923	-4	0	2	304	214	1	2	2	884	797	
-3	2	621	628	-3	0	2	514	-74	2	2	2	454	-424	
-2	2	82	-59	-2	0	2	1689	-1800	3	2	2	325	284	
-2	2	691	449	-1	0	2	796	644	4	2	2	1207	-1118	
-3	2	748	712	0	0	2	394	-386	5	2	2	616	560	
-5	-2	2	935	-899	1	0	2	2796	-2519	6	2	2	559	-508
-1	-2	2	66	23	0	2	906	-841	7	2	2	1573	-1510	

- 74 -														
H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
							2	592	-59					
			27				2					2	599	525
			-3				2					2	182	1091
			557				2					2	190	1091
			30				2	672	-040			2	42	510
			-23				2	238	-201			2	23	1247
			4				2	614	51			2	161	106
			-3				2	17	120			2	35	303
			9				2	34				2	311	-379
						5	2					2	99	
						5	2	26	-840			2	144	130
						5	2	145	842			2	11	113
						5	2	201	-819			2	144	-345
						5	2	311	-120			2	1208	1211
							2	20	-20			2	043	102
							2	704	745			2	451	402
							2	76	72			2	78	566
							2	318	-301			2	34	364
							2	1212	1228			2	690	641
							2	496	1014			2	42	310
							2	198	-185			2	15	106
							2	42	74			2	104	-694
							2	40	45			2	1276	1247
							2	377	-948			2	747	737
							2	305	-268			2	165	151
							2	156	-149			2	097	689
							2	582	-590			2	1358	1349
							2	1840	-1927			2	410	406
							2	601	622			2	188	-184
							2	80	52			2	129	100
							2	306	-304			2	45	-66
							2	74	71			2	880	-858
							2	1557	1488			2	440	421
							2	884	875			2	545	529
							2	1071	1062			2	337	300
							2	1071	1062			2	150	-130
							2	55	-66			2	1806	1800
							2	656	650			2	191	140
							2	232	-219			2	445	415
							2	71	40			2	787	750
							2	112	-11			2	705	672
							2	028	620			2	218	196
							2	175	172			2	71	44
							2	11	-61			2	268	263
							2	474	-69			2	477	-470
							2	345	345			2	861	850
							2	109	120			2	187	-181
							2	184	200			2	122	110
							2	274	282			2	111	84
							2	50	54			2	247	-235
							2	100	100			2	21	207
							2	100	-40			2	63	-1
							2	220	-212			2	101	-529
							2	74	-			2	102	-
							2	101	-			2	101	16
							2	135	121			2	102	32
							2	135	121			2	102	32

- 75 -

[illegible]

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-3	1	3	221	-71	-3	1	3	221	-71	-3	1	3	221	-71
-2	1	3	108	-83	-2	1	3	108	-83	-2	1	3	108	-83
-1	1	3	194	-172	-1	1	3	194	-172	-1	1	3	194	-172
0	1	3	924	-644	0	1	3	924	-644	0	1	3	924	-644
1	1	3	95	-11	1	1	3	95	-11	1	1	3	95	-11
2	1	3	203	-111	2	1	3	203	-111	2	1	3	203	-111
3	1	3	615	-634	3	1	3	615	-634	3	1	3	615	-634
4	1	3	1695	-1561	4	1	3	1695	-1561	4	1	3	1695	-1561
5	1	3	681	-644	5	1	3	681	-644	5	1	3	681	-644
6	1	3	897	-821	6	1	3	897	-821	6	1	3	897	-821
7	1	3	370	-366	7	1	3	370	-366	7	1	3	370	-366
8	1	3	627	610	8	1	3	627	610	8	1	3	627	610
9	1	3	868	844	9	1	3	868	844	9	1	3	868	844
10	1	3	1027	1042	10	1	3	1027	1042	10	1	3	1027	1042
11	1	3	1111	-107	11	1	3	1111	-107	11	1	3	1111	-107
12	2	3	521	-511	12	2	3	521	-511	12	2	3	521	-511
13	2	3	207	-275	13	2	3	207	-275	13	2	3	207	-275
14	2	3	15	-11	14	2	3	15	-11	14	2	3	15	-11
15	2	3	1036	-1050	15	2	3	1036	-1050	15	2	3	1036	-1050
16	2	3	1112	-1130	16	2	3	1112	-1130	16	2	3	1112	-1130
17	2	3	730	-121	17	2	3	730	-121	17	2	3	730	-121
18	2	3	1107	111	18	2	3	1107	111	18	2	3	1107	111
19	2	3	1493	-1013	19	2	3	1493	-1013	19	2	3	1493	-1013
20	2	3	83	-80	20	2	3	83	-80	20	2	3	83	-80
21	3	4	244	244	21	3	4	244	244	21	3	4	244	244
22	3	4	221	207	22	3	4	221	207	22	3	4	221	207
23	3	4	134	-134	23	3	4	134	-134	23	3	4	134	-134
24	3	4	81	85	24	3	4	81	85	24	3	4	81	85
25	3	4	305	311	25	3	4	305	311	25	3	4	305	311
26	3	4	1147	1206	26	3	4	1147	1206	26	3	4	1147	1206
27	3	4	258	244	27	3	4	258	244	27	3	4	258	244
28	3	4	158	161	28	3	4	158	161	28	3	4	158	161
29	3	4	181	164	29	3	4	181	164	29	3	4	181	164
30	3	4	369	367	30	3	4	369	367	30	3	4	369	367
31	3	4	152	-148	31	3	4	152	-148	31	3	4	152	-148
32	3	4	319	-304	32	3	4	319	-304	32	3	4	319	-304
33	3	4	32	-33	33	3	4	32	-33	33	3	4	32	-33

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	-2				9	-5	4	13	103	-1	-2			
					9	-5	4	512	-600	0	-2			
3	-7			-294	-10	-4		62	-21	1	-2			
					-9	-4		206	-11	2	-2			
5	-7			150	-8	-4		619	652	3	-2			
					-7	-4		243	252	4	-2			
7	-8			710	-6	-4		310	-291	5	-2			
					-5	-4		250	-212	-2				
9	-8			387	-4	-4		535	54	7	-2			
-1	-7			279	-3	-4		1053	-1037	8	-2			
-6	-7			214	-2	-4		1223	-1169	9	-2			
-5	-7			115	-1	-4		186	-73	10	-2			
-4	-7			1390		-4		461	-455	11	-2			
-3	-7			234				1117	-1117	-1	-1			
-2	-7			102		-4		751	-751	-10	-1			
-1	-7			290		-4		783	103	-9	-1			
0	-7			428		-4		405	-405	-8	-1			
1	-7			552		-5		291	542	-7	-1			
2	-7			512		-6		112	-411	-6	-1			
3	-7			192		-7		76	-44	-5	-1			
4	-7			503		-8		61	5	-4	-1			
5	-7			112		-9		129	117	-3	-1			
6	-7			542		-10		939	-917	-2	-1			
7	-7			44		-11		320	-310	-1	-1			
8	-7			134		-10	-3	50	115	0	-1			
9	-7			449		-9	-3	555	-551	1	-1			
-8	-6			74		-8	-3	171	165	2	-1			
-7	-6			397		-7	-3	293	-291	3	-1			
-6	-6			91		-6	-3	429	-349	4	-1			
-5	-6			41		-5	-3	417	390	5	-1			
-4	-6			121		-4	-3	83	59	6	-1			
-3	-6			242		-3	-3	619	-581	7	-1			
-2	-6			1215		-2	-3	615	-592	8	-1			
-1	-6			23		-1	-3	856	813	9	-1			
0	-6			462		0	-3	1903	-1981	10	-1			
1	-6			133		1	-3	1273	-1375	11	-1			
2	-6			1201		2	-3	591	-624	-12	0			
3	-6			71		3	-3	205	-235	-11	0			
4	-6			775		4	-3	1577	-1717	-10	0			
5	-6			472		5	-3	484	-485	-9	0			
6	-6			274		6	-3	686	671	-8	0			
7	-6			129		7	-3	41	61*	-7	0			
8	-5			351		8	-3	463	445	-6	0			
9	-5			518		9	-3	83	-77	-5	0			
-8	-5			103		10	-3	420	421	-4	0			
-7	-5			322		11	-3	55	60	-3	0			
-6	-5			482		-11	-2	241	244	-2	0			
-5	-5			451		-10	-2	439	-425	-1	0			
-4	-5			116		-9	-2	784	-759	0	0			
-3	-5			313		-8	-2	111	-802	1	0			
-2	-5			659		-7	-2	262	202	2	0			
-1	-5			475		-6	-2	951	-71	3	0			
0	-5			143		-5	-2	141	-135	4	0			
1	-5			25		-4	-2	311	-279	5	0			
2	-5			56		-3	-2	81	-76	6	0			
3	-5			797		-2	-2	495	-55	7	0			

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	1		42	5	-5	3	4	1254	1	1	1		411	401
2	1		42	5	-4	3	4	39	-117	2	1		411	401
3	1				-3	3	4	45		3	1	4		
4	1				-2	3	4	127		4	1	4		
5	1				-1	3	4	1856	3	5	1	4		
6	1		295	-298	1	3	4			6	1	4	28	
7	1				2	3	4	72	152	-2	6	4	662	666
8	1		207	-177	3	3	4	32	17	-7	6		222	-93
-1	1	2	1053	105	4	3	4	32	17	-6	6		827	684
5	1		34	-23	4	3	4		210	-5	6		1547	1740
-5	1		207	-77	5	3	4	20	-10	-	6		107	101
-4	1		247	-247	6	3	4	21	10	-3	6		313	420
-3	1		24	-107	7	3	4	337	-124	-2	6		281	211
-2	1		500	585	8	3	4	42	19	-1	6		141	147
-1	1		271	-313	9	3	4	6	-612	0	6		114	-112
0	1		613	-107	-12	4	4	161	36	1	6		295	-297
1	1		105	-107	-11	4	4	951	936	2	6		695	-110
2	1		105	1331	-10	4	4			3	6		248	-26
3	1		967	-911	-9	4	4	611	24	-	6		162	-145
4	1		786	121	-8	4	4	33	425	5	6		569	-58
5	1		105	100	-7	4	4	688	10	6	6		2	-2
6	1		105	1110	-6	4	4	37	-107	7	6		242	231
7	1		210	210	-5	4	4	559	17	8	6		353	342
8	1		836	810	-4	4	4	873	-9	-1	6		80	68
9	1		218	21	-3	4	4	25	107	-2	6		352	353
10	1		15	-107	-2	4	4	474	107	-3	6		54	5
-1	2	4	241	-105	-1	4	4	12	18	-4	6		389	393
-2	2	4	61	-	0	4	4	250	17	-5	6		442	-462
-3	2	4	015	-00	1	4	4	131	131	-6	6		131	12
-4	2	4		-71	2	4	4	2313	202	-7	6		469	-489
-5	2	4	813	10	3	4	4	653	-632	-8	6		502	511
-6	2	4	12	-334	4	4	4	187	15	-9	6		362	-351
-7	2	4		-10	5	4	4	521	50	-3	6	4	447	5
-8	2	4	14	103	6	4	4	43	-225	-1	6		1336	1310
-9	2	4	170	1420	7	4	4	449	-504	-1	6		512	-500
-10	2	4	14	30	8	4	4	258	-261	1	6		53	-30
1	2	4	758	1034	9	4	4	177	-192	2	6		247	24
2	2	4	521	50	-2	5	4	365	354	3	6		191	166
3	2	4	472	40	-1	5	4	408	44	4	6		1547	-1517
4	2	4	587	50	-10	5	4	55	-24	5	6		321	-301
5	2	4	240	-201	-9	5	4	463	175	6	6		510	-510
6	2	4	110	-16	-8	5	4	10	75	7	6		516	-51
7	2	4	106	10	-7	5	4	13	379	8	6		471	-442
8	2	4	20		-6	5	4	502	609	-2	6		815	81
9	2	4	227	-60	-5	5	4	185	267	-3	6		611	61
10	2	4	513	5	-4	5	4	72	934	-10	6		54	11
-1	2	4	110	10	-3	5	4	10	-232	-9	6		168	192
-2	2	4	107	892	-2	5	4	171	273	-8	6		471	47
-3	2	4	113	-12	-1	5	4	548	-54	-7	6		510	-522
-4	2	4	450	455	0	5	4			-6	6		56	31
-5	2	4	207	-191	1	5	4	107	1403	-5	6		150	-146
-6	2	4		7	2	5	4	4		-4	6	4	45	-4
-7	2	4	77	-10	3	5	4			-3	6	4	10	-751
-8	2	4	484	499	4	5	4	597	587	-2	6	4	235	-233
-9	2	4	753	761	5	5	4	103	997	-1	6	4	518	-50
-10	2	4	358	-376	6	5	4	624	-628	0	6	4	346	329

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
	8	4		624	1-10	5		143	-131	8	-5	5		-144
2	8	4	195	502	2-10	5		366	367	7	-5	5	564	521
3	8	4	106	127	3-10	5		257	248	6	-5	5	101	94
4	8	4	17	47	3-9	5		146	157	-7	-5	5	345	-364
5	8	4		75	-2-9	5		145	146	-6	-5	5	498	-483
6	8	4	628	-1657	-1-9	5		373	380	-5	-5	5	1031	-1011
7	8	4	322	-294	0-9	5		184	167	-4	-5	5	43	25
8	8	4	341	342	1-9	5		68	-461	-3	-5	5	397	-373
9	8	4	929	430	2-9	5		768	732	-2	-5	5	43	-44
-0	8	4	91	175	3-9	5		125	124	-1	-5	5	146	-144
-1	8	4	476	-459	4-9	5		581	-548		-5	5	85	19
-2	8	4	87	-51	5-9	5		509	-468	1	-5	5	187	204
-3	8	4	290	253	6-9	5		217	211	2	-5	5	30	67
-4	8	4	1313	-1255	-5-8	5		681	-712	3	-5	5	292	-313
-5	8	4	730	-691	-4-8	5		185	274	4	-5	5	1013	-1013
-6	8	4	773	-731	-3-8	5		556	-443	5	-5	5	548	550
-7	8	4	344	-334	-2-8	5		660	-437	6	-5	5	669	-644
-8	8	4	960	-974	-1-8	5		499	-474	7	-5	5	623	-596
-9	8	4	235	-231	0-8	5		168	-162	8	-5	5	245	-224
0	8	4	495	-510	1-8	5		181	-178	9	-5	5	642	600
1	8	4	158	158	2-8	5		77	-61	-9	-5	5	319	-337
2	8	4	240	220	3-8	5		40	-43	-8	-5	5	371	377
3	8	4	616	-685	4-8	5		476	-447	-7	-5	5	341	-340
4	8	4	235	-216	5-8	5		591	539	-6	-5	5	1147	-1146
5	8	4	514	584	6-8	5		232	-219	-5	-5	5	3	-224
6	8	4	503	-483	7-8	5		543	-491	-4	-5	5	128	-121
7	8	4	253	239	-6-7	5		176	-185	-3	-5	5	618	-616
8	8	4	559	639	-5-7	5		385	379	-2	-5	5	1089	-1086
9	8	4	111	-118	-4-7	5		435	432	-1	-5	5	559	-559
-0	8	4	868	-810	-3-7	5		278	-259	0	-5	5	157	-131
-1	8	4	41	111	-2-7	5		1065	-1016	1	-5	5	234	243
-2	8	4	65	-62	-1-7	5		391	375	2	-5	5	225	213
-3	8	4	529	-506	0-7	5		817	-780	3	-5	5	435	440
-4	8	4	630	-621	1-7	5		1090	-1032	4	-5	5	360	361
-5	8	4	173	-475	2-7	5		780	-750	5	-5	5	162	170
-6	8	4	362	-370	3-7	5		139	-23	6	-5	5	140	114
-7	8	4	1020	-1036	4-7	5		226	-217	7	-5	5	445	-447
-8	8	4	597	-553	5-7	5		144	-144	8	-5	5	659	-631
-9	8	4	267	-252	6-7	5		223	202	9	-5	5	344	-337
0	8	4	465	-430	7-7	5		249	-211	-9	-3	5	241	-244
1	8	4	261	257	8-7	5		797	729	-8	-3	5	215	221
2	8	4	573	-56	-7-6	5		60	47	-7	-3	5	275	-274
3	8	4	314	297	-6-6	5		309	-317	-6	-3	5	57	-44
4	8	4	226	206	-5-6	5		236	224	-5	-3	5	542	-509
5	8	4	143	-141	-4-6	5		41	273	-4	-3	5	344	352
6	8	4	896	-909	-3-6	5		326	-298	-3	-3	5	274	-267
7	8	4	37	193	-2-6	5		255	248	-2	-3	5	1027	-1026
8	8	4	80	-65	-1-6	5		170	157	-1	-3	5	45	103
9	8	4	1369	-1373	0-6	5		546	-513	0	-3	5	172	-157
-0	8	4	984	-936	1-6	5		1327	-1265	1	-3	5	54	-360
-1	8	4	568	-546	2-6	5		173	183	2	-3	5	1055	-1016
-2	8	4	349	-355	3-6	5		726	-690	3	-3	5	1107	1259
-3	8	4	750	-733	4-6	5		1000	-976	4	-3	5	170	-184
-4	8	4	220	192	5-6	5		477	-457	5	-3	5	50	50
-5	8	4	378	-381	6-6	5		255	241	6	-3	5	102	755
-6	8	4	211	200	7-6	5		115	-101	7	-3	5	1124	-1114

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	3	5	412	403	-2	0	7	1555	1420	-	3	5	500	73
2	3	5	203	200	-1	0	5	616	683	-	3	5	500	-404
3	3	5	497	479	0	0	5	460	468	-	3	5	740	740
4	-3	5	129	-107	1	0	5	303	325	-6	3	5	41	-300
5	-2	5	518	-512	2	0	5	1730	1782	-	3	5	500	-100
6	-2	5	921	-899	3	0	5	143	139	-6	3	5	473	503
-4	-2	5	82	87	4	0	5	564	550	-5	3	5	1417	1451
-5	-2	5	109	-89	5	0	5	161	141	-4	3	5	250	259
-6	-2	5	219	217	6	0	5	150	125	-3	3	5	315	318
-7	-2	5	143	-134	7	0	5	54	-49	-2	3	5	1443	1718
-8	-2	5	331	293	8	0	5	323	-328	-	3	5	279	260
-9	-2	5	58	1	9	0	5	59	-71	-	3	5	92	-95
-10	-2	5	593	574	-11	1	5	496	467	-	3	5	210	-209
-11	-2	5	29	-253	-10	1	5	289	271	-	3	5	401	377
0	-2	5	615	-562	-9	1	5	42	-190	-	3	5	100	-861
1	-2	5	239	261	-8	1	5	922	909	-	3	5	140	-184
2	-2	5	107	-97	-7	1	5	116	66	-	3	5	483	-405
3	-2	5	130	-620	-6	1	5	867	844	-	3	5	340	-375
4	-2	5	52	-520	-5	1	5	347	-344	-	3	5	310	310
5	-2	5	401	1419	-4	1	5	208	-177	-	3	5	210	-240
6	-2	5	195	182	-3	1	5	98	90	-2	4	5	530	523
7	-2	5	310	302	-2	1	5	731	683	-11	4	5	457	461
8	-2	5	846	825	-1	1	5	285	-267	-10	4	5	326	321
9	-2	5	166	1163	0	1	5	134	-138	-9	4	5	77	45
10	-2	5	81	85	1	1	5	1127	1109	-8	4	5	500	500
-1	-1	5	127	-127	2	1	5	413	403	-7	4	5	680	-700
-10	-1	5	667	-644	3	1	5	192	159	-6	4	5	397	300
-9	-1	5	635	-614	4	1	5	313	314	-5	4	5	550	-586
-8	-1	5	319	305	5	1	5	1193	1144	-4	4	5	70	-70
-7	-1	5	629	-584	6	1	5	372	-365	-3	4	5	200	224
-6	-1	5	991	-932	7	1	5	41	-90	-2	4	5	890	944
-5	-1	5	820	709	8	1	5	259	243	-1	4	5	150	-170
-4	-1	5	128	115	9	1	5	77	-23	-	4	5	104	123
-3	-1	5	511	450	-12	2	5	498	463	-	4	5	1741	1740
-2	-1	5	94	95	-11	2	5	171	-180	-2	4	5	290	-289
-1	-1	5	123	1298	-10	2	5	291	-267	-	4	5	617	-599
0	-1	5	243	250	-9	2	5	378	373	-	4	5	592	-563
1	-1	5	792	851	-8	2	5	1171	1155	-	4	5	174	189
2	-1	5	100	92	-7	2	5	435	425	-	4	5	1206	-1210
3	-1	5	105	91	-6	2	5	266	250	-	4	5	640	-669
4	-1	5	365	359	-5	2	5	1085	1734	-	4	5	539	-540
5	-1	5	119	-85	-4	2	5	475	460	-2	5	5	1197	1185
6	-1	5	180	-186	-3	2	5	589	592	-1	5	5	297	287
7	-1	5	160	-135	-2	2	5	76	-52	-	5	5	260	250
8	-1	5	186	1170	-1	2	5	473	-491	-9	5	5	831	800
9	-1	5	189	-169	0	2	5	367	-302	-8	5	5	723	735
10	-1	5	207	258	1	2	5	58	510	-7	5	5	179	-166
-1	0	5	380	351	2	2	5	657	-517	-6	5	5	107	-146
-10	0	5	149	-135	3	2	5	39	70	-5	5	5	345	355
-9	0	5	574	560	4	2	5	816	802	-4	5	5	766	-805
-8	0	5	305	-316	5	2	5	156	-156	-3	5	5	703	-704
-7	0	5	486	-473	6	2	5	73	5	-2	5	5	740	-704
-6	0	5	417	-393	7	2	5	121	124	-1	5	5	361	-358
-5	0	5	584	527	8	2	5	1103	1105	-	5	5	269	280
-4	0	5	80	-749	9	2	5	628	-642	-	5	5	777	707
-3	0	5	90	-820	-2	3	5	68	-66	-2	5	5	500	-501

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3	5	5	114	-114	2	8	5	1036	-1043	-	-	6	287	-276
4	5	5	950	974	3	8	5	312	-313	0	-7	6	367	-361
5	5	5	518	-514	4	8	5	336	326	1	-7	6	952	-844
6	5	5	778	-803	5	8	5	1104	-1091	2	-7	6	309	303
7	5	5	485	-443	-10	9	5	218	-215	3	-7	6	124	124
-12	6	5	119	112	-9	9	5	621	609	4	-7	6	111	111
-11	6	5	78	74	-8	9	5	1023	-1011	5	-7	6	111	111
-10	6	5	111	-102	-7	9	5	901	-892	6	-7	6	264	191
-9	6	5	176	1279	-6	9	5	311	-316	-6	-6	6	210	211
-8	6	5	89	-72	-5	9	5	600	-510	-5	-6	6	63	39
-7	6	5	139	132	-4	9	5	1136	-1091	-4	-6	6	31	214
-6	6	5	554	605	-3	9	5	745	-745	-3	-6	6	111	-111
-5	6	5	544	588	-2	9	5	335	321	-2	-6	6	303	310
-4	6	5	651	-700	-1	9	5	495	-495	-1	-6	6	207	-145
-3	6	5	714	732	0	9	5	342	335	0	-6	6	919	-844
-2	6	5	447	449	1	9	5	257	-268	1	-6	6	284	271
-1	6	5	1332	-1325	2	9	5	624	621	2	-6	6	173	173
0	6	5	665	-687	3	9	5	324	310	3	-6	6	133	-110
1	6	5	873	-878	4	9	5	257	258	4	-6	6	500	-110
2	6	5	206	-221	-10	10	5	245	221	-9	-6	6	930	110
3	6	5	390	-397	-9	10	5	209	-194	-8	-6	6	510	400
4	6	5	207	199	-8	10	5	308	-306	-7	-6	6	500	400
5	6	5	533	-545	-7	10	5	238	-244	-6	-5	6	111	-124
6	6	5	39	25	-6	10	5	468	467	-5	-5	6	144	-123
7	6	5	659	663	-5	10	5	1221	-1151	-4	-5	6	200	215
-11	7	5	223	-213	-4	10	5	840	-810	-3	-5	6	11	11
-10	7	5	69	4	-3	10	5	144	-134	-2	-5	6	467	450
-9	7	5	193	-191	-2	10	5	567	-521	-1	-5	6	41	9
-8	7	5	57	-52	-1	10	5	103	-10	0	-5	6	513	-43
-7	7	5	125	-130	0	10	5	604	-36	0	-5	6	125	-127
-6	7	5	995	1079	1	10	5	615	633	1	-5	6	424	-422
-5	7	5	509	-512	2	10	5	376	-365	2	-5	6	41	41
-4	7	5	244	-260	3	10	5	242	-220	3	-5	6	615	-134
-3	7	5	328	338	-7	11	5	202	166	-6	-5	6	200	201
-2	7	5	16	30	-6	11	5	130	-112	-5	-5	6	202	201
-1	7	5	1175	-118	-5	11	5	143	144	-4	-5	6	111	161
0	7	5	1017	-102	-4	11	5	38	-21*	-3	-5	6	105	-105
1	7	5	228	230	-3	11	5	630	624	-2	-5	6	105	105
2	7	5	1313	-1323	-2	11	5	1063	-1034	-1	-5	6	255	-201
3	7	5	923	-943	-1	11	5	832	-311	0	-4	6	163	-155
4	7	5	644	-668	0	11	5	230	233	-6	-4	6	861	-1000
5	7	5	199	212	-6	12	5	271	242	-5	-4	6	221	213
6	7	5	518	-524	-5	12	5	196	187	-4	-4	6	11	53
-11	8	5	495	-487	-4	12	5	209	190	-3	-4	6	537	-522
-10	8	5	436	-453	-3	12	5	233	207	-2	-4	6	447	444
-9	8	5	217	-221	-2	12	5	698	-680	-1	-4	6	500	600
-8	8	5	413	-408	-1	12	6	51	51	0	-4	6	400	400
-7	8	5	302	-305	0	12	6	28	-21	1	-4	6	100	100
-6	8	5	503	-542	1	12	6	117	130	2	-4	6	100	100
-5	8	5	85	-51	2	12	6	99	99	3	-4	6	100	100
-4	8	5	532	-524	3	12	6	283	-159	4	-4	6	101	101
-3	8	5	441	433	4	12	6	124	-105	5	-4	6	106	106
-2	8	5	520	-525	5	12	6	111	99	6	-4	6	102	-102
-1	8	5	111	-111	-4	13	6	33	-5	7	-4	6	173	173
0	8	5	342	336	-3	13	6	1003	-967	8	-4	6	100	100
1	8	5	5	-37	-2	13	6	100	-100	-1	-4	6	100	100

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-8	-3	6	320	381	-8	0	6	322	31	8	2	6	321	-321
-7	-3	6	475	-473	-7	0	6	679	-661	-	3	6	307	-210
-6	-3	6	335	335	-6	0	6	861	836	-	3	6	369	35+
-5	-3	6	92	93	-5	0	6	442	406	-	3	6	311	222
-	-3	6	223	-290	-4	0	6	4	-62	-	3	6	201	200
-3	-3	6	514	-4	-3	0	6	621	55	-	3	6	389	-111
-2	-3	6	664	650	-2	0	6	1126	1606	-	3	6	113	111
-1	-3	6	474	461	-1	0	6	15	805	-	3	6	12	12
0	-3	6	301	-290	0	0	6	33	-361	-	3	6	21	-215
1	-3	6	803	852	1	0	6	1025	1101	-3	3	6	31	-322
2	-3	6	762	783	2	0	6	252	248	-	3	6	40	40
3	-3	6	708	719	3	0	6	39	20	-	3	6	64	-670
4	-3	6	198	173	4	0	6	826	-818	-	3	6	1319	-1315
5	-3	6	164	151	5	0	6	101	-78	-	3	6	118	-213
6	-3	6	376	344	6	0	6	644	-63	-	3	6	138	-420
7	-3	6	226	221	7	0	6	145	-119	3	3	6	345	-335
8	-3	6	54	-51	8	0	6	101	-119	-	3	6	74	-152
-9	-2	6	89	-73	-11	1	6	550	517	5	3	6	103	-115
-8	-2	6	811	806	-10	1	6	341	326	6	3	6	23	-211
-7	-2	6	496	475	-9	1	6	310	219	1	3	6	374	341
-6	-2	6	176	145	-8	1	6	506	49	-11	4	6	34	104
-5	-2	6	859	789	-7	1	6	199	185	-10	4	6	191	-161
-4	-2	6	113	-70	-6	1	6	249	-241	-9	4	6	91	-100
-3	-2	6	693	671	-5	1	6	55	1	-8	4	6	401	-400
-2	-2	6	74	64	-4	1	6	193	-751	-7	4	6	199	-101
-1	-2	6	95	75	-3	1	6	976	91	-6	4	6	233	-226
0	-2	6	356	317	-2	1	6	263	236	-5	4	6	86	-41
1	-2	6	719	767	-1	1	6	120	111	4	4	6	740	810
2	-2	6	207	199	0	1	6	151	142	3	4	6	844	715
3	-2	6	515	-591	1	1	6	1681	166	-2	4	6	266	-276
4	-2	6	980	1010	2	1	6	39	59	-1	4	6	510	-540
5	-2	6	903	881	3	1	6	643	-621	0	4	6	264	-293
6	-2	6	479	444	4	1	6	563	532	1	4	6	343	321
7	-2	6	162	-146	5	1	6	291	-281	2	4	6	1035	-1012
8	-2	6	1181	1168	6	1	6	524	-531	3	4	6	1411	-1383
-11	-1	6	722	-704	7	1	6	843	-814	-	4	6	88	10
-9	-1	6	526	499	8	1	6	62	-45	5	4	6	140	-144
-8	-1	6	462	-48	-11	2	6	391	366	6	4	6	554	-565
-	-1	6	13	11	-10	2	6	05	-21	7	4	6	534	-551
-6	-1	6	142	111	-9	2	6	1087	1053	-11	5	6	40	244
-5	-1	6	1281	120	-8	2	6	034	631	-	5	6	600	-505
-4	-1	6	889	805	-7	2	6	94	118	-1	5	6	414	414
-3	-1	6	80	-82	-6	2	6	180	175	-	5	6	506	-510
-2	-1	6	1011	1018	-5	2	6	544	565	-1	5	6	702	-705
-1	-1	6	119	123	-4	2	6	1	1	-6	5	6	645	-721
0	-1	6	42	-91	-3	2	6	125	-118	-5	5	6	300	-413
1	-1	6	218	-211	-2	2	6	39	-32	-4	5	6	600	-604
2	-1	6	1	22	-1	2	6	913	-959	-3	5	6	171	-881
3	-1	6	429	-431	0	2	6	293	196	-2	5	6	48	244
4	-1	6	448	444	1	2	6	652	-131	-1	5	6	123	-112
5	-1	6	445	-136	2	2	6	144	-211	0	5	6	155	777
6	-1	6	500	-441	3	2	6	210	221	1	5	6	324	-318
7	-1	6	574	571	4	2	6	574	551	2	5	6	604	-602
8	-1	6	519	528	5	2	6	210	261	3	5	6	289	-280
0	0	6	75	109	6	2	6	747	-700	4	5	6	66	243
-9	0	6	54	157	7	2	6	157	221	5	5	6	935	-926

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
6	5	6	248	-1279	-4	9	6	170	-154		-4	7	404	3
-	6	6	474	-417	-3	9	6	305	295	2	-4	7	131	-101
-10	6	6	519	507	-2	9	6	300	306	3	-4	7	312	611
-9	6	6	236	230	-1	9	6	627	617	4	-4	7	287	-281
-8	6	6	257	-279	0	9	6	200	201	5	-4	7	80	-80
-7	6	6	144	-781	1	9	6	708	693	6	-4	7	-87	-444
-6	6	6	410	415	2	9	6	207	205	-1	-3	7	36	-267
-5	6	6	760	-831	-8	0	6	646	-618	-6	-3	7	11	117
-4	6	6	918	-990	-7	0	6	426	381	-5	-3	7	-14	406
-3	6	6	673	-670	-6	0	6	172	-165	-4	-3	7	637	-620
-2	6	6	412	-104	-5	0	6	732	-706	-3	-3	7	547	532
-1	6	6	579	-592	-4	0	6	421	-404	-2	-3	7	722	699
0	6	6	651	-649	-3	0	6	826	819	-1	-3	7	558	508
1	6	6	273	249	-2	0	6	302	-294	0	-3	7	152	-147
2	6	6	232	-250	-1	0	6	151	151	1	-3	7	626	-553
3	6	6	604	613	0	0	6	752	744	2	-3	7	507	617
4	6	6	42	-572	1	0	6	828	810	3	-3	7	317	-313
5	6	6	64	-27	-6	1	6	346	316	-4	-3	7	170	153
6	6	6	68	-50	-5	1	6	75	-58	5	-3	7	147	-286
-1	7	6	598	-589	-4	1	6	570	555	6	-3	7	113	-90
-10	7	6	100	-93	-3	1	6	156	-136	7	-3	7	166	-157
-9	7	6	129	-129	-2	1	6	421	-394	-8	-2	7	585	574
-8	7	6	429	-445	-1	-1	7	521	487	-7	-2	7	300	310
-7	7	6	539	562	0	-1	7	99	-78	-6	-2	7	135	141
-6	7	6	112	96	1	-1	7	357	332	-5	-2	7	70	56
-5	7	6	393	-405	2	-1	7	508	457	-4	-2	7	153	157
-4	7	6	774	-750	3	-1	7	690	623	-3	-2	7	115	-11
-3	7	6	564	532	-4	-6	7	510	-514	-2	-2	7	310	340
-2	7	6	868	-852	-3	-6	7	58	48	-1	-2	7	530	-529
-1	7	6	1086	-1091	-2	-6	7	76	63	0	-2	7	301	320
0	7	6	347	-342	-1	-6	7	76	63	1	-2	7	706	610
1	7	6	67	-25	0	-6	7	759	-710	2	-2	7	130	120
2	7	6	503	-508	1	-6	7	388	352	3	-2	7	194	-190
3	7	6	375	-370	2	-6	7	731	650	4	-2	7	570	547
4	7	6	853	840	3	-6	7	230	-200	5	-2	7	430	-410
5	7	6	113	113	4	-6	7	525	-65	6	-2	7	676	-611
-1	8	6	959	-929	5	-5	7	853	760	7	-2	7	500	22
-9	8	6	130	-141	-5	-5	7	300	290	-9	-1	7	530	517
-8	8	6	549	-550	-4	-5	7	570	537	-8	-1	7	810	830
-7	8	6	106	-112	-3	-5	7	217	210	-7	-1	7	273	-250
-6	8	6	220	-239	-2	-5	7	472	-457	-6	-1	7	824	763
-5	8	6	217	-260	-1	-5	7	198	-186	-5	-1	7	703	600
-4	8	6	22	398	0	-5	7	300	286	-4	-1	7	235	100
-3	8	6	168	143	1	-5	7	59	63	-3	-1	7	170	-100
-2	8	6	228	-176	2	-5	7	103	100	-2	-1	7	100	-100
-1	8	6	479	-458	3	-5	7	199	-156	-1	-1	7	120	-125
0	8	6	754	750	4	-5	7	190	142	0	-1	7	402	-401
1	8	6	596	-600	5	-5	7	100	616	1	-1	7	42	-400
2	8	6	311	-343	6	-5	7	131	-107	2	-1	7	750	-710
3	8	6	82	73	-6	-4	7	283	275	3	-1	7	220	200
4	8	6	310	378	-5	-4	7	555	520	4	-1	7	90	-70
-9	9	6	447	-420	-4	-4	7	399	360	5	-1	7	800	56
-8	9	6	796	-761	-3	-4	7	40	190	6	-1	7	426	-413
-7	9	6	852	-792	-2	-4	7	800	775	7	-1	7	583	-573
-6	9	6	200	169	-1	-4	7	852	820	-9	0	7	300	285
-5	9	6	400	-400	0	-4	7	220	130	-8	0	7	300	-290

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-7	0	7	129	-112	-4	3	7	1233	-1319	3	6	7	375	387
6	0	7	30	296	-3	3	7	65	-22	4	6	7	327	312
-5	0	7	640	587	-2	3	7	534	-628	-9	7	7	51	144
4	0	7	562	-520	-1	3	7	992	-1063	-8	7	7	193	-212
-3	0	7	650		0	3	7	818	-860	-7	7	7	219	346
-2	0	7	590	505		3	7	268	-257	-6	7	7	110	90
-1	0	7	283	39	2	3	7	93	-88	-5	7	7	935	-935
0	0	7	497	-528	3	3	7	386	-316	-	7	7	197	185
	0	7	63	79	4	3	7	296	296	-3	7	7	45	43*
2	0	7	363	-371	5	3	7	252	-211	-2	7	7	433	-403
3	0	7	045	-061	6	3	7	671	680	-1	7	7	674	-658
4	0	7	283	-281	-10	4	7	488	-477	0	7	7	893	865
5	0	7	772	-766	-9	4	7	148	-145	1	7	7	283	274
6	0	7	40	-12	-8	4	7	368	-374	2	7	7	100	73
7	0	7	298	-397	-7	4	7	175	188	3	7	7	674	644
-0	1	7	276	-246	-6	4	7	208	199	-9	8	7	42	10*
-9	1	7	278	267	-5	4	7	507	-562	-8	8	7	354	355
-8	1	7	285	-288	-4	4	7	129	126	-7	8	7	86	74
-	1	7	254	-248	-3	4	7	44	6*	-6	8	7	538	491
-6	1	7	89	-180	-2	4	7	53	-13*	-5	8	7	120	123
-5	1	7	629	-612	-1	4	7	1144	-1178	-4	8	7	564	535
-4	1	7	59	-31	0	4	7	301	308	-3	8	7	140	129
-3	1	7	58	35	1	4	7	468	-459	-2	8	7	167	-134
-2	1	7	420	368	2	4	7	910	-890	-1	8	7	416	409
-	1	7	789	-791	3	4	7	473	-472	1	8	7	97	-83
0	1	7	835	840	4	4	7	327	345	2	8	7	388	-383
1	1	7	300	37	5	4	7	42	13*	-8	9	7	814	-708
2	1	7	590	-583	-10	5	7	259	-260	-7	9	7	586	507
3	1	7	905	-814	-9	5	7	434	-435	-6	9	7	512	-66
4	1	7	41	12	-8	5	7	458	-487	-5	9	7	419	398
5	1	7	377	-382	-7	5	7	863	-917	-4	9	7	315	271
6	1	7	1087	-1131	-6	5	7	78	-52	-3	9	7	906	854
7	1	7	34	-38	-5	5	7	368	-410	-2	9	7	305	292
-10	2	7	286	263	-4	5	7	181	-200	-1	9	7	511	506
-9	2	7	311	293	-3	5	7	204	230	0	9	7	299	294
-8	2	7	184	173	-2	5	7	117	-85	-5	10	7	604	-548
-7	2	7	645	-613	-1	5	7	589	580	-4	10	7	913	848
-6	2	7	43	-36	0	5	7	261	272	-3	10	7	746	711
-5	2	7	396	-407	1	5	7	48	48*	-2	10	7	518	486
-4	2	7	669	-687	2	5	7	523	-529	-2	5	8	108	-107
-3	2	7	563	-565	3	5	7	545	562	-1	5	8	153	-150
-2	2	7	507	-603	4	5	7	174	-183	0	5	8	177	-150
-	2	7	181	-173	5	5	7	799	-791	1	5	8	427	395
0	2	7	104	-99	-10	6	7	183	185	2	5	8	612	-546
1	2	7	112	110	-9	6	7	58	-28	-4	4	8	117	-123
2	2	7	733	-718	-8	6	7	1132	-1194	-3	4	8	408	392
3	2	7	624	613	-7	6	7	189	-198	-2	4	8	412	385
4	2	7	04	-98	-6	6	7	303	-300	-1	4	8	125	119
5	2	7	487	-485	-5	6	7	465	-491	0	4	8	277	-256
6	2	7	488	-491	-4	6	7	966	-1046	1	4	8	308	-258
-0	3	7	293	284	-3	6	7	471	467	2	4	8	190	-165
-9	3	7	446	428	-2	6	7	134	-115	3	4	8	477	-425
-8	3	7	472	-468	-1	6	7	45	-15*	-5	3	8	208	-212
-7	3	7	69	185	0	6	7	392	391	-4	3	8	56	50
-6	3	7	233	225	1	6	7	478	460	-3	3	8	369	362
-5	3	7	7	124	2	6	7	534	582	-2	3	8	912	878

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-1	-3	8	48	-469	4	8	8	57	-433	-4	6	8	535	541
0	-3	8	142	122	5	8	8	427	-421	-3	6	8	584	543
1	-3	8	266	252	-4	2	8	786	-737	-2	6	8	950	892
2	-3	8	175	-171	-7	2	8	513	-500	-1	6	8	218	211
3	-3	8	728	-676	-6	2	8	-63	-481	0	6	8	810	768
4	-3	8	568	-527	-5	2	8	97	-121	1	6	8	-37	406
-6	-2	8	95	-88	-4	2	8	731	-42	2	6	8	412	401
-5	-2	8	410	-403	-3	2	8	46	-74	-7	7	8	335	345
-4	-2	8	306	-285	-2	2	8	127	-140	-6	7	8	64	-83
-3	-2	8	44	-34	-1	2	8	227	241	-5	7	8	200	-438
-2	-2	8	366	-343	0	2	8	515	519	-4	7	8	418	427
-1	-2	8	256	-254	1	2	8	251	-250	-3	7	8	575	512
0	-2	8	49	74	2	2	8	123	97	-2	7	8	417	-371
1	-2	8	391	399	3	2	8	153	141	-1	7	8	638	604
2	-2	8	124	-131	4	2	8	335	352	0	7	8	156	688
3	-2	8	41	-51	-8	3	8	515	-501	1	7	8	116	663
4	-2	8	98	6	-7	3	8	46	-22	-6	8	8	201	224
5	-2	8	337	-327	-6	3	8	122	160	-5	8	8	563	466
-7	-1	8	100	-86	-5	3	8	822	-858	-4	8	8	271	206
-6	-1	8	82	-59	-4	3	8	431	-468	-3	8	8	70	-130
-5	-1	8	320	301	-3	3	8	225	-263	-2	8	8	515	-418
-4	-1	8	1027	-1010	-2	3	8	144	119	-1	8	8	524	482
-3	-1	8	381	-402	-1	3	8	714	-758	-2	-2	9	248	-236
-2	-1	8	396	-410	0	3	8	300	303	-1	-2	9	13	-136
-1	-1	8	514	-538	1	3	8	435	420	0	-2	9	46	418
0	-1	8	338	-364	2	3	8	419	433	-3	-1	9	563	-556
1	-1	8	425	-449	3	3	8	546	552	-2	-1	9	135	14
2	-1	8	145	-149	4	3	8	282	290	-1	-1	9	309	-306
3	-1	8	87	-86	-8	4	8	206	246	0	-1	9	71	113
4	-1	8	409	397	-7	4	8	163	212	-1	-1	9	59	-65
5	-1	8	692	-667	-6	4	8	52	31	-4	0	9	537	-516
-7	0	8	108	-83	-5	4	8	464	-499	-3	0	9	105	143
-6	0	8	480	448	-4	4	8	68	131	-2	0	9	476	-485
-5	0	8	404	-368	-3	4	8	385	-35	0	0	9	138	153
-4	0	8	412	-394	-2	4	8	828	-822	1	0	9	253	350
-3	0	8	206	-200	-1	4	8	112	-113	-5	1	9	101	55
-2	0	8	54	71	0	4	8	81	100	-4	1	9	103	60
-1	0	8	1078	-1217	1	4	8	439	438	-3	1	9	437	427
0	0	8	388	-413	2	4	8	509	-500	-2	1	9	63	-255
1	0	8	274	-285	3	4	8	685	689	-1	1	9	67	-84
2	0	8	542	-544	-8	5	8	332	-349	0	1	9	290	390
3	0	8	468	-472	-7	5	8	121	151	1	1	9	305	-401
4	0	8	163	-178	-6	5	8	54	42	-5	2	9	217	-224
5	0	8	138	129	-5	5	8	482	533	-3	2	9	97	123
-8	1	9	286	-262	-4	5	8	175	192	0	2	9	351	431
-7	1	8	579	-551	-3	5	8	513	518	1	2	9	70	-93
-6	1	8	68	-70	-2	5	8	119	39	-6	3	9	139	53
-5	1	8	432	-423	-1	5	8	478	470	-5	3	9	465	-460
-4	1	8	103	-103	0	5	8	508	499	-4	3	9	43	-24
-3	1	8	412	375	1	5	8	298	-281	-3	3	9	439	566
-2	1	8	445	-408	2	5	8	239	229	-2	3	9	224	-80
-1	1	8	240	-243	3	5	8	357	342	-1	3	9	417	481
0	1	8	88	99	-8	6	8	591	-615	0	3	9	694	144
1	1	8	82	65	-7	6	8	60	-107	-5	4	9	90	-96
2	1	8	364	-408	-6	6	8	524	561	-4	4	9	249	271
3	1	8	275	-269	-5	6	8	357	248	-3	4	9	3	3

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-2	4	9	403	-441	-5	5	9	161	147	-2	5	9	111	68*
-1	4	9	347	141	-4	5	9	598	627	-1	5	9	248	229
0	4	9	889	863	-3	5	9	307	-260					

9. Literaturverzeichnis

- (1) Joachim Fuchs, Z. Naturforsch. 28b,
389-404 (1973)
- (2) W.D. Hunnius, Private Mitteilung
- (3) W.D. Hunnius, Z. Naturforschung 30b (1973)
- (4) E.J. Rode u. V.N. Tverdokhledov,
Zh.Neorg.Khim. 3. 2343 (1958)
E.Ma, Bull. Chem. Soc. Jap. 37, 171, 648 (1964)
A. B. Kiss, P. Gado
I. Asztalos u. A.J. Hegedus, Acta Chim.
Acad. Sci. Hung. 66, 235 (1970)
- (5) R. Palm, Private Mitteilung
- (6) S.Mahjour, Diplomarbeit, Freie Universität
Berlin (1973)
- (7) P. Düllberg, Z. physik. Chem. 45, 129 (1903)
- (8) W.Prandtl, L.Hess, Z. anorg. allg. Chemie
82, 103 (1913)
- (9) G.Jander, T.Aden, Z. physik. Chem. A 144,
197 (1933)
- (10) H.Brintzinger, J.Wallach, Z. anorgan. allgem.
Chemie 224, 103 (1935)
- (11) R.A. Robinson, D.A. Sinclair, J. Chem. Soc.
642 (1934)
- (12) K.F. Jahr, H. Witzmann, Z. physik. Chem.
A 168, 283 (1934)
- (13) G. Canneri, D. Cozzi, Wiener Chem. Ztg.
46, 193 (1943)
- (14) G. Carpeni, P. Souchay, J. chim. phy.
42, 149 (1945)

- (15) P. Souchay, G. Carpeni, Bull. Soc. Chim. France 13, 160 (1946)
- (16) J.F. Hazel, W.M. McNabb, R. Santini jr., J. Phys. Chem. 57, 681 (1953)
- (17) R. Trujillo, E. Tejera, An. Real. Soc. Espan. Fis. Quim. B 50, 399, (1954)
- (18) Yu.V. Morachevskij, L.J. Belyaeva, Zh. Analit. Khim. 11, 672 (1956), J. Anal. Chem. of USSR 11, 719 (1956)
- (19) J. Lefebvre, J. Chim. Phys. Physcochim. Biol. 54, 567 (1957)
- (20) F. Chauveau, C.R. hebd. Seances Acad. Sci. 247, 1120 (1958)
- (21) R.U. Russell, J.E. Salmon, J. Chem. Soc. 1958, 4708
- (22) L. Newman, W.J. LaFleur, F.J. Broussides, A.M. Ross, J. Amer. Chem. Soc. 80, 44 (1958)
- (23) G. Schwarzenbach, G. Parissakis, Helv. Chim. Acta 41, 2425 (1958)
- (24) N. Ingri, F. Brito, Acta Chem. Scand. 13, 1971 (1959)
F. Brito, N. Ingri, An. Real.Soc. Espan. Fis. Quim. B 56, 165 (1960)
- (25) K.F. Jahr, J. Fuchs, Z. Naturforsch. 14 b, 468 (1959)
- (26) K.F. Jahr, H. Schroth, J. Fuchs, Z. Naturforsch. 18 b, 1133 (1963)
- (27) O. Glemser, E. Preisler, Z. anorg. allg. Chem. 303, 303 (1960)
- (28) P.K. Bhattacharya, M.C. Saxena, S.N. Banerji, Proc. Natl. Acad. Sci. India A 30, 75 (1961)
- (29) K. Schiller, E. Thilo, Z. anorg. allg. Chem. 310, 261 (1961)

- (30) D. Dyrssen, T. Sekine, Acta Chem. Scand.
15, 1399 (1961)
- (31) Yu.I. Sannikov, V.L. Zolotavin, I.Ya. Bezrukov,
Zh. Neorgan. Khim. 8, 474 (1963)
- (32) J. Simon, K.F. Jahr, Z. Naturforsch.
19 b, 165 (1964)
- (33) J.V. Hatton, Y. Saito, W.G. Schneider,
Can. J. Chem. 43, 47 (1965)
- (34) D.W. Howarth, R.E. Richards, J. Chem. Soc. 1965, 864
- (35) H.-P. Stock, K.F. Jahr, Z. Naturforsch.
18 b, 1134 (1963)
- (36) D.B. Copley, A.K. Banerjee, S.Y. Tyree jr.,
Inorg. Chem. 4, 1480 (1965)
- (37) J. Beltran, C. Guillem, An.Real. Soc. Espan.
Fis. Quim. B 61, 919 (1965)
- (38) W.P. Griffith, T.D. Wickins,
J. Chem. Soc. (A) 1966, 1087
W.P. Griffith, J. Chem. Soc. (A) 1967, 905
W.P. Griffith, P.J.B. Lesniak,
J. Chem. Soc. (A) 1969, 1066
- (39) Th.F. Tadros, Hussein Sadek, A.A. El-Harakani,
Z. physik. Chem. (Leipzig), 242, 1 (1969)
- (40) P.H. Rieger, Aust. J. Chem. 26, 1173 (1973)
- (41) A. Gagliani, N. Asting, W.H. Nelson,
Inorg. Chem. 13, 1715 (1974)
- (42) M. Engel, Dissertation Freie Universität
Berlin (1975)
- (43) H.T. Evans, JR. Z. Kristallogr. 114, 257 (1960)
- (44) M. Ganne, Y. Piffard, M. Touroux,
Can. J. Chem. 52, 3539 (1974)

- (45) R.D. Shannon, C. Calvo, Can. J. Chem. 51, 265 (1973)
- (46) C.H. Kelsey, W.H. Barnes, Can. Mineral. 6, 448 (1960)
- (47) P. Sedlacek, K. Dornberger-Schiff, Acta Cryst. 18, 407 (1965)
- (48) R. Mattes, Habilitationsschrift, Universität Münster 1970
- (49) Chemische Berichte, B. 3 109
- (50) E. Steger, Z. Anorg. allg. Chem. 294, 146 (1958)
- (51) L.O. Atomyan, O.N. Krasotscha, Zurnal struk. chimii 12, 342 (1971)
- (52) I. Böschen, Dissertation, Universität Kiel 1974
- (53) J. Fuchs, I. Knöpnadel, I. Brüdgam, Z. Naturforsch. 29 b, 473 (1974)
- (54) I. Böschen, B. Buss, B. Krebs, Acta Cryst. B30, 48 (1974)
- (55) B.M. Gatehouse, P. Levertt, Chem. Comm. 740, (1970)
- (56) O. Glemser, K.H. Tytko, Z. Naturforsch. 24 b, 648 (1969)
O. Glemser, W. Höltje, Angew. Chem. 78, 756 (1966)
- (57) K.H. Tytko, O. Glemser, Chimia 23, 494 (1969)
- (58) L.G. Sillen, Acta Chem. Scand. 16, 159 (1962)
- (59) K.H. Tytko, Angew. chem. 22, 935 (197)
- (60) A.G. Swallow, F.R. Ahmed, W.H. Barnes, Acta Cryst. 21, 397 (1966)
- (61) S. Block, Nature 186, 540 (1960)
- (62) C. Romers, Acta Cryst. 4, 114 (1950)
- (63) W. Hilmer, Acta Cryst. 17, (1963)

- (64) G. Wegener, Dissertation, Freie Universität Berlin (1964)
- (65) O. Glemser, B. Buss, J. Böschen, B. Krebs, Angew. Chem. 85, 409 (1973)
- (66) Y. Sasaki, L.G. Sillen, J. Lindquist, J. Inorg. Nucl. Chem. 2, 93 (1959)
- (67) I. Lindqvist, Kngl. Tekniska Högskolans Handlingar S. 511 (1972)
- (68) J. Fuchs, K.F. Jahr, Z. Naturforsch. 23 b, 1380 (1968)
- (69) W.G. Baldwin, G. Wiese, Arkiv. Kemi 31, 419 (1969)
- (70) I. Knöpnadel, J. Fuchs, Angew. Chem. 894 (1974)
- (71) I. Lindquist, Arkiv Kemi 2, 325, 349 (1950)
- (72) H.T. Evans jr., J. Amer. chem. Soc. 90, 3275 (1968)
- (73) E. Shimao, Natur 214, 170 (1967)
- (74) B. Krebs, I. Böschen, B. Buss, Angew. Chem. 85, (1973)
- (75) R. Mattes, H. Bierbüsse, J. Fuchs, Z. anorg. allg. Chem. 385, 230 (1971)
- (76) H.R. Allcock, E.C. Bissel, E.T. Schawl, J. Amer. chem. Soc. 8603 (1972)
- (77) W.N. Lipscomb, Inorg. 4, 132 (1965)
- (78) D.L. Kepert, Progr. Inorg. Chem. 8, 1556, (1969)



Tabelle (7) Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
V(1)	.49822	.32856	.28505	2.9247	8.2210	8.7818	.3489	.6429	-.2838
V(2)	.47132	.19586	.26491	7.4394	7.4430	6.8111	-.0895	1.7965	1.2546
V(3)	.66319	.17161	.17161	10.7612	8.7436	8.6152	-2.0368	-2.0588	.5785
V(4)	.76619	.33157	.27059	5.8288	7.4942	7.0032	-.0217	1.5313	1.7065
O(1)	.46709	.25761	.30490	10.1269	3.4655	5.5305	-2.5890	5.0342	-2.2092
O(2)	.57225	.19707	.21294	17.4667	3.3600	7.4727	.6719	-.6532	1.5425
O(3)	.74956	.27514	.21387	7.2751	14.8661	5.5197	3.3261	3.2292	-3.1574
O(4)	.63650	.34139	.30812	10.0732	9.1176	7.6382	-1.9967	6.3373	-.3896
O(5)	.48056	.33781	.21385	10.6171	1.4190	21.6532	-1.6143	-2.0993	3.8848
O(6)	.42342	.37055	.31760	2.7110	14.3719	14.9882	3.4947	5.0942	-.4767
O(7)	.50040	.14888	.30967	12.1741	12.9107	1.7504	-2.3887	1.6523	3.6418
O(8)	.36447	.18322	.23012	4.7465	1.6517	21.6597	.2133	.1914	-5.7150
O(9)	.58317	.28837	.13034	6.8973	5.8044	.3076	-3.8618	-1.3555	.5634
O(10)	.72742	.19921	.12436	17.3116	14.8190	7.4799	.3886	7.8714	-4.2108
O(11)	.85651	.31582	.31969	10.7257	10.5709	11.4855	2.8840	-3.4803	-.3281
O(12)	.80118	.38572	.24163	10.0946	11.0187	6.9220	-5.2627	2.2700	5.9061
N(1)	.66851	.24713	.45752	19.4353	6.4110	5.1029	1.1667	7.7429	-1.2419

Fortsetzung der Tabelle(7)

$$[N(C_4H_9)_4]_3HV_4O_{12}$$

Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
N(2)	.13386	.30255	.24212	4.26802	15.99556	11.96865	-.48470	7.09383	.21960
N(3)	.58776	.51448	.27251	3.28391	14.20127	7.83903	1.41825	.21816	-1.10883
C(111)	.77281	.26239	.49492	9.98770	15.86518	4.25780	-2.59274	-6.2885	-.20726
C(112)	.82504	.31074	.46754	18.8125	5.46620	11.24833	-6.47455	-3.3573	2.29714
C(113)	.93971	.31087	.50532	18.7630	22.25309	9.61829	-12.5544	-5.7379	-2.72747
C(114)	-.00458	.36006	.48524	27.1379	10.18866	26.52901	-.50289	1.8062	-7.46231

C(121)	.58565	.29507	.43739	18.2779	2.75084	9.07581	2.9964	-1.3713	-.37346
C(122)	.54325	.31948	.49597	16.9163	13.31373	14.05856	2.2555	-1.9425	-9.67237
C(123)	.48008	.36773	.47012	19.3543	37.79663	23.57486	17.3960	5.8956	.74994
C(124)	.40813	.11643	.00986	29.1086	43.00146	41.17036	-20.9031	-3.4779	-3.47221
C(131)	.61517	.19595	.48413	15.2202	12.39704	6.78452	2.0142	4.1715	1.66101
C(132)	.50280	.17509	.45198	9.6091	22.90457	14.10944	-10.7817	4.6755	-6.42827
C(133)	.50096	.10431	.48155	33.1338	14.92091	18.94039	-19.2314	6.0943	4.60230
C(134)	.39492	.07979	.45549	21.7161	26.30777	63.95266	-1.2745	20.0201	-1.87106
C(141)	.69526	.22446	.39232	9.0668	12.74088	13.81382	3.3288	-.8356	3.08569
C(142)	.78343	.17772	.39652	20.7157	20.71837	4.56514	8.1999	7.8102	4.16930

93

Fortsetzung der Tabelle(7)



Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(143)	.80455	.16074	.33515	21.0986	29.42571	3.0616	13.1371	7.9807	4.89956
C(144)	.85885	.11251	.31917	34.3164	26.59999	42.9945	13.3140	29.1362	7.88018
C(211)	.19779	.28008	.29288	6.3899	11.65569	8.5242	.0942	-.3413	-.77092
C(212)	.11960	.27081	.34589	19.9511	31.25706	14.7420	-6.1209	5.1908	.55804
C(213)	.20979	.24292	.40181	29.6650	40.86337	13.5309	4.6546	-4.8921	15.99101
C(214)	.14812	.21942	.44245	25.5996	77.25475184	.0629	4.1887	-19.2643	-72.69389
C(221)	.22256	.30286	.19440	6.2828	14.59552	29.0094	-1.0593	13.3947	-2.57669
C(222)	.16264	.32292	.13607	23.2846	28.95675	9.4991	-5.7979	6.5381	3.93643
C(223)	.26555	.31716	.10345	42.9535	52.34348	17.2796	-28.1597	-24.6904	5.96374
C(224)	.29036	.24553	.07984	17.0847	75.85940	69.6011	-18.7350	29.7742	-48.87749
C(231)	.03420	.25979	.21684	3.7004	17.22547	9.9341	-5.5755	2.6129	-.32533
C(232)	.07480	.19913	.20478	7.8156	6.47413	26.4446	5.2963	6.1896	-.89414
C(233)	.97657	.16964	.18095	12.6115	2.94450	22.5950	-1.6573	-3.5855	-6.88361
C(234)	.00948	.11525	.16685	18.6807	4.42003	17.1712	1.1100	-8.9464	-4.75062
C(241)	.06391	.35657	.24750	12.6870	1.13640	25.0112	2.6896	5.0153	-2.53481
C(242)	.15024	.40020	.26543	8.9736	7.83240	24.2814	-3.2804	-4.8566	3.23121

Fortsetzung der Tabelle (7)



Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(243)	.08170	.46495	.27075	36.0475	16.75356	22.15799	-7.43378	4.67255	10.80631
C(244)	.04963	.44587	.31979	32.1062	3.71306	32.15352	-7.46737	-4.04766	-6.81664
C(311)	.51738	.47587	.23433	16.1565	3.92382	1.73331	-5.32232	4.18092	-2.53621
C(312)	.44797	.50440	.18998	19.7391	22.30939	1.91071	-3.03021	-5.73952	-1.21120
C(313)	.39410	.46572	.15293	35.0893	44.35835	5.98112	9.71260	-13.05089	-9.62662
C(314)	.32412	.48337	.11126	60.3816	28.21227	7.85616	-27.02424	16.26600	-13.70504
C(321)	.49642	.05694	.20069	4.3642	13.34105	21.83719	-1.58251	9.61764	-1.06960
C(322)	.56505	.02537	.15523	9.7723	19.11208	18.87437	2.69551	13.43195	6.40573
C(323)	.65441	.06616	.14286	12.7351	25.59030	19.58118	2.44501	15.32476	-1.75411
C(324)	.72654	.05174	.09604	20.7826	13.83232	23.81235	-1.02581	15.50582	2.75573
C(331)	.65456	.47968	.31966	4.7632	9.13874	15.10126	5.31152	2.81131	9.62244
C(332)	.71388	.51672	.36646	15.8184	15.19410	19.29718	-10.33897	-2.83308	-5.22886
C(333)	.75801	.46517	.40120	20.3875	7.18314	14.68617	-4.60391	-3.45350	-3.97869
C(334)	.16725	.00253	.05397	17.5570	26.38204	36.41476	4.02991	7.51383	-16.91427
C(341)	.33408	.05269	.25577	18.6878	11.23599	8.07701	5.36497	11.76459	1.16006
C(342)	.74876	.51853	.20808	11.7475	14.56725	15.01420	-4.13653	11.69050	2.14365

Fortsetzung der Tabelle (7). $[N(C_4H_9)_4]_3IV_4O_{12}$
Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
C(343)	.82895	.56242	.17293	10.9312	23.9462	19.9009	-8.4029	13.2785	-2.2410
C(344)	.08464	.01255	.34846	21.0429	124.4122	58.4265	-3.0817	22.4178	14.6022

Tabelle (8)

 $(\text{NH}_4)_8\text{Mo}_{10}\text{O}_{34}$

Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
Mo(1)	.54871	.33907	.38860	1.0566	1.5209	2.1255	-.0315	-.2009	-.5842
Mo(2)	.25430	.32906	.07828	1.1335	.5623	2.0883	-.0315	-.4172	-.5058
Mo(3)	.30979	.03679	.10524	.8098	.9222	1.9191	.1671	-.1828	-.6510
Mo(4)	.07648	-.22330	.18216	1.0556	.5342	1.7386	.2640	-.3337	-.4944
Mo(5)	.02420	.07400	.19173	.8620	.5072	1.4702	.1629	-.2167	-.5964
O(1)	.10706	.96210	.01167	.9055	.6320	1.5845	.3049	-.3532	-.3379
O(2)	.20016	.13805	.25440	1.2093	.7831	1.7251	.4069	-.4372	-.4613
O(3)	-.00864	.91892	.30022	1.2819	1.3302	1.7078	.0144	-.3021	-.6480
O(4)	.42662	.35957	.19843	1.4789	1.4277	3.4312	-.1253	-1.0448	-.2683
O(5)	.95812	.15555	.30655	1.8222	1.1675	2.9614	.6180	.3381	-1.0255
O(6)	.22923	.88232	.27836	1.3237	.8159	1.4537	.5721	-.5007	-.3537
O(7)	.92089	.77461	.01612	1.1252	.6991	1.1354	.4462	-.3254	-.4595
O(8)	.69086	.81406	.03910	1.4702	1.0134	1.9098	.0650	.3250	-.3092
O(9)	.64528	.05293	.02670	2.1426	2.0982	2.7617	.9853	.5588	-1.0643
O(10)	.62215	.48575	.46770	2.4132	2.2261	4.5732	-.8218	-.1260	-1.5742
O(11)	.12978	.68242	.07076	2.1805	2.0986	2.5129	1.0439	-.1613	-1.2976
O(12)	.01112	.67068	.35494	2.1293	.9516	2.4691	.2799	.0413	-.1469
O(13)	.19736	.40188	.21718	2.8135	2.5222	3.3819	.7247	-.0646	-1.9990

Fortsetzung der Tabelle (8)

$(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$

Lage- und Temperaturparameter

	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
O(14)	.72382	.56018	.10034	2.9323	.9473	3.4315	.1341	.0069	.0272
O(15)	.43878	.08601	.25900	1.1614	2.0518	2.5021	.2326	-.7027	-1.1228
O(16)	.66609	.29859	.32102	1.5177	2.4319	3.9795	.3971	.4477	-.3624
O(17)	.51758	.76414	.43284	2.5098	1.9631	2.3386	-.6497	.0163	-.3350
N(1)	.77404	.73217	.41368	1.8217	1.6650	2.7117	-.1924	-.1347	-.6317
N(2)	.67546	.02782	.39787	2.6429	2.2631	2.0119	1.0119	.0685	-.5502
N(3)	.92185	.40830	.27311	2.8406	1.2576	3.2770	.6197	-.0883	-.9289
N(4)	.40974	.69907	.09305	3.5706	3.2654	3.3345	1.4110	-.5569	-1.6528

Lebenslauf

Als Sohn des Arztes Fatollah Mahjour und der Ehefrau Bassirat Sohrab wurde ich am 18.1.1941 in Esfahan geboren.

Die Volksschule und das Gymnasium besuchte ich in Esfahan von 1948 bis Frühjahr 1961. Im August 1963 kam ich nach Deutschland. Im Wintersemester 1965/1966 nahm ich an der Universität Würzburg das Studium der Chemie auf. Am 31.3.1969 legte ich meine Vordiplomprüfung ab. Danach setzte ich mein Studium an der Freien Universität Berlin fort, wo ich am 25.7.1973 meine Diplomprüfung absolvierte. Im August 1973 begann ich meine Dissertation im Institut für Anorganische Chemie der Freien Universität Berlin unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. J. Fuchs.

